

**UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE – UNESC  
PRÓ-REITORIA ACADÊMICA – PROACAD  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM  
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS –  
PPGCEM  
MESTRADO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA  
DE MATERIAIS**

**IARA VICTORINO DE SOUSA**

**PROPRIEDADES FÍSICO-MECÂNICAS DE CERÂMICAS  
CELULARES OBTIDAS A PARTIR DE RESÍDUO DE POLIMENTO  
DE PORCELANATO**

Dissertação de Mestrado apresentada  
ao Programa de Pós-Graduação em  
Ciência e Engenharia de Materiais –  
PPGCEM da Universidade do Extremo  
Sul Catarinense – UNESC, como  
requisito à obtenção do título de  
Mestre em Ciência e Engenharia de  
Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Adriano Michael  
Bernardin.

Coorientador: Prof. Dr. Alexandre  
Gonçalves Dal-Bó.

**CRICIÚMA  
2019**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

S725p Sousa, Iara Victorino de.

Propriedades físico-mecânicas de cerâmicas celulares obtidas a partir de resíduo de polimento de porcelanato / Iara Victorino de Sousa. - 2019.

74 p. : il. ; 21 cm.

Dissertação (Mestrado) - Universidade do Extremo Sul Catarinense, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Criciúma, 2019.

Orientação: Adriano Michael Bernardin.

Coorientação: Alexandre Gonçalves Dal-Bó.

1. Cerâmica celular. 2. Cerâmica celular - Propriedades físicas. 3. Cerâmica celular - Propriedades mecânicas. 4. Resíduos de polimento de porcelanato - Reaproveitamento. I. Título.

CDD. 22. ed. 620.14

Bibliotecária Eliziane de Lucca Alosilla - CRB 14/1101  
Biblioteca Central Prof. Eurico Back - UNESC

**IARA VICTORINO DE SOUSA**

**PROPRIEDADES FÍSICO-MECÂNICAS DE CERÂMICAS  
CELULARES OBTIDAS A PARTIR DE RESÍDUO DE POLIMENTO  
DE PORCELANATO**

Esta dissertação foi julgada e aprovada para obtenção do Grau de Mestre em Ciências e Engenharia de Materiais no Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais, na área de Valorização de Resíduos, da Universidade do Extremo Sul Catarinense – UNESC.

Criciúma, SC, 28 de fevereiro de 2019

Banca Examinadora:



**Prof. Dr. Elidio Angioletto**  
Universidade do Extremo Sul Catarinense - UNESC



**Prof. Dr. Michael Peterson**  
Universidade do Extremo Sul Catarinense - UNESC



**Prof. Dr. Lucas Domingui**  
Instituto Federal de Santa Catarina - IFSC



## **AGRADECIMENTOS**

Ao professor Adriano, pela orientação inegavelmente eficiente e segura, pelas valiosas sugestões e estímulos dados.

A Universidade do Extremo Sul Catarinense, pelo apoio sempre concedido.

Aos amigos do mestrado, pela convivência e amizade, das quais jamais esquecerei.

Ao meu namorado pelo apoio e compreensão em todo o período do Mestrado.

A minha mãe que me trouxe ao mundo e sempre me apoiou e ao meu irmão que sempre esteve ao meu lado.

Acima de tudo, a Deus, sem ele eu jamais conseguiria forças para continuar.



*"O amor recíproco entre quem  
aprende e quem ensina é o primeiro  
e mais importante degrau para se  
chegar ao conhecimento."*

(Erasmus de Rotterdam)





## RESUMO

A crescente produção de revestimentos cerâmicos, em especial o porcelanato polido, acarreta a geração de resíduos provenientes da etapa de polimento dessas cerâmicas, ocasionando um grave problema ambiental quanto ao descarte volumoso desses resíduos. Porém, o uso de resíduo de polimento na fabricação de cerâmicas celulares em substituição de matérias-primas cerâmicas pode ser visto como uma solução quanto à deposição desses resíduos, já que o material utilizado para o polimento contém SiC. O SiC é um material que quando é queimado em altas temperaturas é oxidado e decompõe formando SiO<sub>2</sub> e CO<sub>2</sub>, gerando gases que faz a peça expandir. Diante desse contexto, este trabalho teve como objetivo verificar a viabilidade de se obter cerâmicas celulares a partir dos resíduos de polimento de porcelanato e avaliar as propriedades físicas, mecânicas e microestruturais desses materiais. Para isto, foi utilizado um planejamento experimental estatístico do tipo fatorial 2<sup>3</sup>, onde as variáveis de estudo foram a pressão de compactação, a máxima temperatura de queima e o tempo de queima, com níveis de 20 e 40 MPa, 1170 e 1200 °C e 30 e 60 minutos, respectivamente. As cerâmicas celulares obtidas foram caracterizadas quanto a sua resistência mecânica (resistência à tração por compressão diametral), densidade aparente e expansão linear após a queima, sendo estas as variáveis de resposta. Além disso, foi feita uma caracterização por MEV para avaliar a microestrutura porosa das cerâmicas e por análise de imagem foi feita uma quantificação do tamanho médio dos poros. Com base nos resultados obtidos e a partir da análise de variância ANOVA e os gráficos de médias e superfícies de resposta, foi possível concluir que podem ser obtidas cerâmicas celulares utilizando o resíduo de polimento de porcelanato. As cerâmicas submetidas à maior temperatura e tempo de queima apresentaram maior expansão linear, menor densidade aparente, maiores poros e uma menor resistência à tração decorrente a esse aumento da porosidade devido a presença do SiC, já que nessas temperaturas a cinética de formação de poros é maior.

Palavras Chave: Resíduo de Polimento. Porcelanato. Cerâmica Celular.



## ABSTRACT

The increasing production of ceramic tiles, especially porcelain tiles, leads to the generation of residues from the polishing stage of these ceramics, causing a serious environmental problem regarding the massive disposal of these residues. However, the use of residues in the manufacture of cellular ceramics in substitution of ceramic raw materials can be seen as a solution to the deposition of these residues. In view of this context, the present work aims to verify the feasibility of obtaining cellular ceramics from the porcelain tile polishing residues and to evaluate the physical and mechanical properties of these materials. For this, a statistical  $2^k$  factorial design was used, where the study variables (factors) were the compaction pressure, the maximum firing temperature and the firing time, with variation (levels) of 20 and 40 MPa, 1170 and 1200 ° C and 30 and 60 minutes, respectively. The obtained cellular ceramics were characterized for their diametral compression strength (breaking load), apparent density and linear expansion after firing, these being the response variables. Based on the results obtained by analysis of variance (ANOVA) and response surfaces, it was possible to conclude that cellular ceramics can be obtained by using the porcelain tile polishing residue, and that the ceramics submitted to the highest temperature and time of firing presented higher linear expansion, lower bulk density and lower breaking load due to the increase of porosity caused by the presence of silicon carbide in the porcelain polishing residue, which generates pores during firing due to its oxidation.

Keywords: Polishing Residue. Porcelain Tile. Cellular Ceramics.



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Alguns componentes da estrutura de uma célula unitária .....	32
Figura 2 – Técnica do microfone em movimento.....	35
Figura 3 - Método da réplica .....	36
Figura 4 - Fluxograma do processo de fabricação de espumas cerâmicas pelo método de réplica .....	37
Figura 5 - Método do modelo sacrificial .....	38
Figura 6 - Método da técnica de formação de bolhas .....	39
Figura 7 - Fluxograma das etapas de pesquisa .....	41
Figura 8 - Fluxograma da caracterização do resíduo de polimento .....	42
Figura 9 – Corpos de prova antes da queima.....	45
Figura 10 - Fluxograma da caracterização da cerâmica celular.....	45
Figura 11 – Ensaio de compressão .....	47
Figura 12 - Ensaio de densidade aparente .....	48
Figura 13 – Difrátograma do resíduo de polimento trabalhado .....	50
Figura 14 – Análise térmica por calorimetria exploratória diferencial do em ar (a) e em N <sub>2</sub> (b) do resíduo de polimento em diferentes taxas de aquecimento .....	51
Figura 15 – Análise termogravimétrica em ar (a) e em N <sub>2</sub> (b) do resíduo de polimento em diferentes taxas de aquecimento .....	53
Figura 16 – Distribuição granulométrica do resíduo de polimento após processo de desagregação.....	54
Figura 17 – Gráfico de Pareto para carga de ruptura.....	56
Figura 18 – Superfície de resposta para densidade aparente em função do tempo e da temperatura .....	59
Figura 19 – Superfície de resposta para a expansão lineal em função do tempo e da temperatura .....	61
Figura 20 – Micrografias de varredura das amostras nas diferentes condições; a) 1170 °C, 20 MPa, 30 min; b) 1170 °C, 20 MPa, 60 min; c) 1200 °C, 20 MPa, 30 min; d) 1200 °C, 20 MPa, 60 min; e) 1170 °C, 40 MPa, 30 min; f) 1170 °C, 40 MPa, 60 min; g) 1200 °C, 40 MPa, 30 min; h) 1200 °C, 40 MPa, 60 min.....	62
Figura 21 - Distribuição de poros das amostras nas diferentes condições; a) 1170 °C, 20 MPa, 30 min; b) 1170 °C, 20 MPa, 60 min; c) 1200 °C, 20 MPa, 30 min; d) 1200 °C, 20 MPa, 60 min; e) 1170 °C, 40 MPa, 30 min; f) 1170 °C, 40 MPa, 60 min; g) 1200 °C, 40 MPa, 30 min; h) 1200 °C, 40 MPa, 60 min .....	64



## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Planejamento fatorial.....	44
Tabela 2 – Análise química do resíduo de polimento de porcelanato....	49
Tabela 3 – Resultados para a carga de ruptura .....	55
Tabela 4 – ANOVA para carga de ruptura (N).....	56
Tabela 5 – Resultados para densidade aparente após a queima.....	57
Tabela 6 – ANOVA para a densidade aparente.....	58
Tabela 7 – Resultados para expansão linear após a queima .....	60
Tabela 8 – ANOVA para a expansão linear .....	61





## **LISTA DE ABREVIATURAS**

ANOVA – Análise de variância

DRX – Difração de raios X

DSC/TGA – Calorimetria diferencial de varredura

DTP - Distribuição de tamanho de partícula

MEV – Microscopia eletrônica de varredura

NBR – Norma Brasileira

TGA – Análise Termogravimétrica



## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>23</b>
<b>2 OBJETIVOS .....</b>	<b>25</b>
<b>3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA .....</b>	<b>27</b>
3.1 INDÚSTRIA CERÂMICA .....	27
<b>3.1.1 Resíduos de polimento cerâmico .....</b>	<b>28</b>
<b>3.1.2 Cerâmicas celulares.....</b>	<b>31</b>
3.1.2.1 Estrutura das cerâmicas celulares.....	31
3.1.2.2 Propriedades das cerâmicas celulares.....	32
3.1.2.3 Métodos de formação .....	35
<b>3.1.2.3.1 Método da réplica .....</b>	<b>36</b>
<b>3.1.2.3.2 Método do modelo sacrificial.....</b>	<b>37</b>
<b>3.1.2.3.3 Método de sinterização parcial.....</b>	<b>38</b>
<b>3.1.2.3.4 Método do Gel Casting de espumas (CG).....</b>	<b>38</b>
<b>3.1.2.3.5 Técnica de formação de bolhas .....</b>	<b>39</b>
<b>4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL .....</b>	<b>41</b>
4.1 MATERIAIS .....	41
4.2 MÉTODOS .....	41
<b>4.2.1 Caracterização das matérias-primas .....</b>	<b>41</b>
4.2.1.1 Análise mineralógica.....	42
4.2.1.2 Análise térmica.....	42
4.2.1.3 Distribuição de tamanho de partícula (DTP) .....	43
<b>4.2.2 Planejamento experimental.....</b>	<b>43</b>
4.2.2.1 Planejamento estatístico .....	43
<b>4.2.3 Obtenção dos corpos de prova.....</b>	<b>44</b>
4.2.3.1 Preparação da composição cerâmica .....	44
<b>4.2.4 Caracterização dos corpos de prova .....</b>	<b>45</b>
4.2.4.1 Determinação da carga de ruptura .....	45
4.2.4.2 Densidade aparente.....	47
4.2.4.3 Expansão linear .....	48
4.2.4.4 Análise microestrutural .....	48
<b>5 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>49</b>
5.1 CARACTERIZAÇÃO DO RESÍDUO.....	49
<b>5.1.1 Caracterização do resíduo de polimento cerâmico.....</b>	<b>49</b>
5.1.1.1 Análise mineralógica.....	50
5.1.1.2 Análise térmica.....	50
5.1.1.3 Distribuição de tamanho de partícula .....	54
5.2 CARACTERIZAÇÃO DA CERÂMICA CELULAR OBTIDA.....	54
<b>5.2.1 Determinação da carga de ruptura.....</b>	<b>55</b>

---

<b>5.2.2 Densidade aparente .....</b>	<b>57</b>
<b>5.2.3 Expansão linear .....</b>	<b>59</b>
<b>5.2.4 Análise microestrutural .....</b>	<b>61</b>
<b>6 CONCLUSÕES .....</b>	<b>65</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>69</b>



## 1 INTRODUÇÃO

O crescimento de diversos setores da economia, principalmente o industrial, promoveu a geração de resíduos resultantes dos processos de produção (SALES; FILHO, 2014). Em contrapartida, a evolução da ciência e da tecnologia tem resultado em avanços e novas oportunidades para a reciclagem desses resíduos. Atualmente, diversos tipos de resíduos são coletados, separados, processados e comercializados em todo o mundo, sendo então considerados *commodities* (BERNARDIN; SILVA; RIELLA, 2006).

É crescente a preocupação de diversos setores da sociedade com a disposição final de resíduos e há a tendência das empresas incorporem a questão ambiental na tomada de decisões (SALES; FILHO, 2014). Mesmo assim, muitos resíduos ainda são descartados em aterros sanitários de forma incorreta, acarretando a poluição do meio ambiente (JI et al., 2015).

A indústria cerâmica é responsável pela geração de grande volume de resíduos e, atualmente, não há meios efetivos para tratá-los ou reutilizá-los (PENTEADO et al., 2016). Os resíduos gerados antes do processamento são reutilizados na própria produção das cerâmicas, pois geralmente são sobras de peças, porém depois do processamento a maioria dos resíduos gerados é descartada (SHUI et al., 2011).

A reciclagem e a reutilização de resíduos provenientes de diferentes processos industriais, como novas matérias-primas cerâmicas, têm sido objeto de pesquisas na busca por soluções que conciliem aspectos como, o custo de disposição, tratamentos, tipo e quantidade de resíduo, tecnologia e processos de utilização e, finalmente, o impacto econômico e ambiental da reciclagem (MENEZES; NEVES; FERREIRA, 2002) visto que, a reutilização de resíduos como matérias-primas cerâmicas alternativas racionaliza o uso dos recursos naturais (MENEZES, et al., 2002; TORRES et al., 2004 apud MARQUES et al., 2007).

Estudos recentes feitos com cerâmicas celulares obtidas a partir de resíduos de polimento cerâmico mostram que estas são um ótimo isolante térmico devido a sua estabilidade, baixa condutividade térmica, baixa densidade, baixa absorção de água e baixo calor específico (MONTANARO et al., 1998; HUANCA; NUNES, 2016). São leves, resistentes à compressão e são absorventes de som ou isolantes, tanto para o ar quanto para o ruído causado por impacto (D'AMORE et al., 2017).

A valorização do resíduo de polimento representa uma opção para a sua destinação final, levando em conta o seu potencial e as suas aplicações na área da construção civil e outras áreas afins, além de que, o uso de materiais reciclados resulta em uma grande economia de energia relacionada à produção primária (VANDENHOVE, 2002; YALÇIN; SEVINÇ, 2000 apud BERNARDIN; SILVA; RIELLA, 2006).

É importante e necessário o desenvolvimento de trabalhos de pesquisa que contemplem a utilização de resíduos, dentro de uma visão que trata estes poluentes como matérias-primas importantes para aplicações com maior valor agregado visando a sua transformação em bens úteis para a sociedade e a proteção do meio ambiente (CASAGRANDE et al., 2008).

Desta forma, este trabalho tem como finalidade analisar estatisticamente as propriedades físicas e mecânicas da cerâmica celular obtida a partir do resíduo de polimento de placas cerâmicas. Neste sentido, foi utilizado um planejamento experimental estatístico (DoE, *design of experiments*) do tipo fatorial completo para analisar as propriedades da cerâmica celular formada pelo resíduo de polimento. As cerâmicas obtidas foram caracterizadas quanto à carga de ruptura, densidade aparente e expansão linear.



## **2 OBJETIVOS**

### **2.1 OBJETIVO GERAL**

Estudar o efeito dos parâmetros de processamento sobre as propriedades físicas e mecânicas de cerâmicas celulares obtidas a partir de resíduo de polimento de porcelanato.

### **2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Verificar a viabilidade de se obter cerâmicas celulares a partir de resíduo de polimento de porcelanato;
- Avaliar a cinética de formação das cerâmicas celulares obtidas a partir de resíduo de polimento de porcelanato;
- Analisar o efeito da pressão de conformação, do tempo de patamar, e da temperatura máxima de sinterização sobre as propriedades físicas e mecânicas das cerâmicas celulares obtidas.



### 3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

#### 3.1 INDÚSTRIA CERÂMICA

A definição de cerâmica compreende todos os materiais inorgânicos e não-metálicos obtidos através de tratamento térmico em temperatura elevada, que resulta em um material refratário capaz de resistir à elevada amplitude térmica, mantendo a sua integridade físico-química (ROSA et al., 2003 apud COSTA, 2010). Materiais cerâmicos são conhecidos por sua combinação incomum de propriedades: são bons isolantes térmicos e elétricos, são resistentes a altas temperaturas e a ambientes corrosivos (SMITH, 1993).

A indústria cerâmica é fornecedora de componentes essenciais para vários setores produtivos como, por exemplo, a indústria da construção civil, na qual os materiais cerâmicos estão presentes sob a forma de blocos, tijolos, lajotas, telhas, placas de revestimento, tubos, e outros (SALES; FILHO, 2014).

Na indústria cerâmica houve um forte crescimento da fabricação de placas cerâmicas de revestimento na China, que atualmente é o maior produtor mundial, com mais de 3800 fabricantes e uma produção de 9 bilhões de m<sup>2</sup> (GUO et al., 2016). O Brasil – terceiro maior consumidor e produtor mundial de placas para revestimento cerâmico - tem seu setor de revestimento cerâmico constituído por 92 empresas, com maior concentração nas regiões Sudeste e Sul e em expansão no Nordeste do país. O município de Criciúma no estado de Santa Catarina, reconhecido como polo internacional, concentra as maiores empresas brasileiras produtoras de porcelanato (ANFACER, 2018).

De acordo com a NBR 13817 (1997), a qual estabelece a classificação para placas cerâmicas para revestimento, o porcelanato é classificado como um material que tem absorção de água inferior a 0,5 % em massa. A NBR 13818 (1997) é a norma que fixa as características exigíveis para os métodos de ensaio de absorção de água e de outros ensaios relacionados às placas cerâmicas para revestimento.

No mercado atual o porcelanato também pode ser classificado como esmaltado ou técnico (polido ou não). O porcelanato polido é o mais produzido comercialmente, requerendo uma etapa de polimento a qual tem como objetivos nivelar, remover riscos e defeitos, além de dar brilho à superfície do produto final (MARQUES et al., 2007).

O aumento da produção global nas últimas décadas, de revestimentos cerâmicos do tipo porcelanato, gerou o aumento da

produção de resíduos sólidos (XI et al., 2017). A etapa de polimento gera uma grande quantidade de resíduos dando origem a um novo custo aos produtores do setor, que necessitam gerenciar e descartar adequadamente esse resíduo (MARQUES et al., 2007).

Tanto no processo de fabricação de revestimentos cerâmicos, quanto em outros processos produtivos, resíduos industriais com diferentes características são obtidos decorrentes das etapas do processo na qual são gerados, da tecnologia utilizada e dos produtos fabricados (BLASCO et al., 1992 apud MONFORT; ENRIQUE, 1996). Somente na China, são gerados anualmente mais de um milhão de toneladas de resíduos de cerâmica (SUN et al., 2013 apud RAMOS et al., 2018).

### **3.1.1 Resíduos de polimento cerâmico**

Conforme já comentado, algumas cerâmicas necessitam de polimento na superfície para melhorar a sua qualidade estética. O processo de polimento de placas cerâmicas gera um desperdício comum em muitas empresas que utilizam operações de polimento e esquadreamento para produzir o material cerâmico, particularmente porcelanato (GUO et al., 2016). Essa grande quantidade de resíduos necessita ser gerenciada e descartada adequadamente (MARQUES et al., 2007).

A China gera cerca de 5 milhões de toneladas anuais de resíduos de polimento de placas cerâmicas que são descartados em aterros sanitários sem nenhum tratamento (JI et al., 2015). Já o Brasil, com a tradicional grande demanda por produtos cerâmicos tem participação significativa na produção de resíduos de polimento. Estima-se que as empresas do Sul de Santa Catarina produzam cerca de 1000 toneladas por semana do resíduo de polimento (JACOBY; PELISSER, 2015).

Na operação de polimento de placas cerâmicas, abrasivos de diamante e carbetto de silício (SiC) são usados em máquinas automáticas refrigeradas com água (XI et al., 2017) e, aproximadamente entre 0,4 e 1 mm da superfície da placa cerâmica é removida (HUTCHINGS et al., 2005 apud SHUI et al., 2011; LING-KE, XUE-LI, YAN-CHUN, 2010 apud YUNHONG et al., 2014; JACOBY; PELISSER, 2015).

O processo de polimento consiste em um equipamento dotado de várias cabeças polidoras, compostas de materiais abrasivos que, em contato com as peças em alta rotação, velocidade controlada e em presença de água, executam o polimento. À medida que a peça passa pela máquina os abrasivos usados apresentam gradativamente uma

granulometria mais fina, até ser atingido o resultado desejado. A primeira parte da polidora é responsável pelo desgaste acentuado da peça, na qual se dá o nivelamento da superfície com abrasivos de granas grossas (100 *mesh* a 200 *mesh*). Posteriormente é realizada a preparação para o polimento: cada cabeça tem a finalidade de apagar os riscos (ranhuras) deixados pelas cabeças anteriores e deixar a peça totalmente uniforme, com a utilização de granas de 240 *mesh* a 700 *mesh*. A terceira etapa é o polimento propriamente dito, a peça não possui mais riscos e a mesma começa a receber o brilho (granas de 800 *mesh* a 3000 *mesh*) (BITTENCOURT; BENINCÁ; 2002 apud ROSSO; CUNHA; ROJAS-RAMÍREZ, 2005).

O material utilizado para o polimento das peças é a pedra abrasiva, a qual é composta ou por partículas de diamante, aglomerada por cimentos à base de cloretos magnesianos, ou por partículas de carbetto de silício, aglomeradas pelo mesmo tipo de cimento (BERNARDIN et al., 2006).

O resíduo de polimento apresenta uma fase cristalina menor formada por mulita e cristais de quartzo imersos em uma fase vítrea, a qual é formada por um vidro silicioso, contendo óxidos alcalinos e alcalino-terrosos, principalmente com baixo ponto de fusão. A combinação de um material vítreo com um baixo ponto de fusão permite a sua reciclagem em novos produtos. Os abrasivos de polimento apresentam o carbetto de silício (SiC) em sua composição, o qual pode ser decomposto acima de 1000 °C na presença de oxigênio. A decomposição do carbetto de silício resulta em sílica e dióxido de carbono ( $\text{SiC} + 2\text{O}_2 \rightarrow \text{SiO}_2 + \text{CO}_2$ ) (BERNARDIN; SILVA; RIELLA, 2006). Se adicionado a um cerâmico com ponto de amolecimento próximo à temperatura de decomposição do SiC, o produto resultante sofrerá uma expansão volumétrica decorrente da decomposição do SiC associada ao início do amolecimento do material cerâmico, cuja superfície será impermeável à passagem do gás resultante da decomposição para o exterior da peça, resultando em um material cerâmico expandido (BERNARDIN et al., 2007).

Na indústria de revestimento cerâmico, o resíduo proveniente do substrato ou sem esmaltação é tido como inerte, o resíduo contendo fritas é considerado da classe II e o resíduo de esmaltação, em virtude dos corantes frequentemente utilizados, é classificado como perigoso (SOUSA, 2003). De acordo com a Norma Brasileira NBR 10004 (2004), os resíduos de polimento de porcelanato são classificados como “resíduo não inerte de classe II A”, os quais podem ter propriedades tais como: biodegradabilidade, combustibilidade ou solubilidade em água. Estes

resíduos necessitam ter um tratamento especial antes de seu descarte, pois o seu armazenamento inadequado pode apresentar sérios riscos à saúde humana e ao meio ambiente (STEINER; BERNARDIN; PELISSER, 2015; NBR 10004, 2004; KUMMER et al., 2007).

Dentro das indústrias cerâmicas, esse tipo de resíduo é coletado e armazenado temporariamente em estações de tratamento de efluentes que, após a remoção da água residual, produzem uma lama (RAMBALDI et al., 2007). Esses resíduos exigem o descarte e o tratamento da água da parte sólida em aterros controlados a custos financeiros e ambientais substanciais (JACOBY; PELISSER, 2015).

Além dos elevados custos econômicos a deposição de resíduos industrial em aterros pode trazer inúmeros problemas ambientais, como a contaminação do solo e do lençol freático, e agressão à vegetação local. Nesse sentido, a reutilização e a reciclagem reduzem custos, preservam os recursos naturais não renováveis e diminuem a carga de poluentes lançados no meio ambiente (BERNARDIN et al., 2006).

Além da questão ambiental, a contínua necessidade por parte do mercado de novos produtos cerâmicos com propriedades funcionais sempre melhores, tem estimulado a pesquisa em direção à aplicação de materiais de baixo custo. Deste modo, muitos foram os estudos que analisaram a possibilidade de reciclagem de uma vasta gama de resíduos industriais nos últimos anos (CASAGRANDE et al., 2008).

Entre as diversas matérias-primas que podem ser recicladas estão os resíduos sólidos industriais provenientes da indústria cerâmica (BERNARDIN; SILVA; RIELLA, 2006), a qual é uma das que mais se destacam na reciclagem de resíduos industriais e urbanos por possuir um elevado volume de produção. Isso possibilita o consumo de grandes quantidades de rejeitos que, aliado às características físico-químicas das matérias-primas cerâmicas e às particularidades do processamento cerâmico, faz da indústria cerâmica uma das grandes opções para a reciclagem de resíduos sólidos (WENDER; BALDO, 1998 apud MENEZES; NEVES; FERREIRA, 2002).

Um exemplo seria a utilização de resíduos cerâmicos para obtenção de cerâmicas celulares. Alguns estudos mostram a utilização de resíduos para a obtenção de cerâmicas celulares, como o resíduo de polimento cerâmico (BERNARDIN et al., 2007; JI et al., 2015; GUO et al., 2016; SHUI et al., 2011). Resíduos de vidro, resíduos de polímeros pré-cerâmicos e outros também são utilizados como matérias-primas para formação de cerâmicas celulares (D'AMORE et al., 2017; SILVA, et al., 2017; ZESCHKY et al., 2003; BELTRÃO, 2011; VAKIFAHMETOGLU; ZEYDANLI; COLOMBO, 2016).

### 3.1.2 Cerâmicas celulares

A cerâmica celular tem propriedades específicas muito interessantes fazendo com que ela tenha muitas aplicações, como isolamento térmico, suporte catalítico, filtros, sensores de gás, materiais para implantes ósseos, equipamentos espaciais, materiais de proteção contra incêndio e outros (SOUSA et al., 2011; SHUI et al., 2011; D'AMORE et al., 2017; JI et al., 2015). Com essas propriedades os materiais celulares têm uma grande variedade de aplicações, podendo também serem usados como materiais de construção de acordo com as suas características térmicas e acústicas devido à sua baixa densidade (BERNARDIN; SILVA; RIELLA, 2006).

Segundo Gibson e Ashbay (1997), um sólido celular é um material constituído por uma rede interligada de poros e placas formando arestas e faces de células. Um material poroso é classificado como celular quando sua porosidade relativa é elevada, normalmente acima de 80 %.

#### 3.1.2.1 Estrutura das cerâmicas celulares

Materiais celulares são constituídos de uma rede tridimensional ou bidimensional de filamentos interconectados que formam os lados e as faces das células e podem ser classificados em colmeias ou espumas. Os sólidos celulares podem apresentar três estruturas básicas: bidimensional, do tipo colmeia (*honeycomb*), tridimensional, com células abertas, e tridimensional, com células fechadas (GIBSON; ASHBY, 1997).

Estruturas do tipo colmeia apresentam arranjos simples, em duas dimensões, formadas geralmente por arranjos de células em forma hexagonal, mas também existem estruturas em outros formatos. As esponjas (*foams*) se caracterizam por ter arranjos em três dimensões de células, orientadas aleatoriamente e suas estruturas se dividem em dois tipos: as de célula aberta e as de célula fechada (GIBSON; ASHBY, 1997). As de células abertas se comunicam entre suas faces e formam uma organização de vazios interconectados pela rede de filamentos sólidos. As de células fechadas são isoladas umas das outras, com os poros isolados dentro de uma estrutura (MONTANARO et al., 1998).

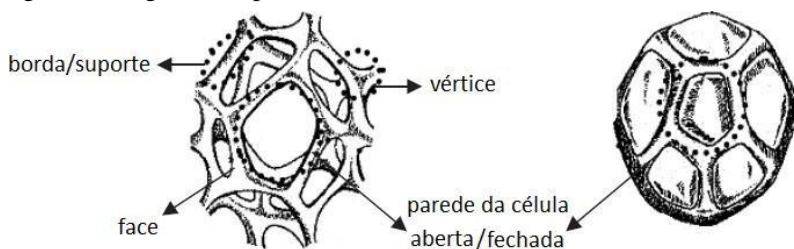
As cerâmicas celulares que apresentam em sua estrutura células abertas são, em sua maioria, utilizadas em filtros para metais fundidos, gases quentes e suportes catalíticos, e as cerâmicas celulares com células

fechadas são, normalmente, utilizadas como isolantes térmicos e acústicos (BERNADIN et al., 2007).

A maioria das estruturas tipo colmeia e espumas apresentam diferentes tamanhos de células que estão relacionados à forma como o material foi feito (GIBSON; ASHBY, 1997). A estrutura interna dos materiais celulares pode variar amplamente e, portanto, há uma diversidade de campos para a aplicação destes materiais (SCHEFFLER; COLOMBO, 2005).

A Figura 1 mostra alguns parâmetros estruturais de caracterização tais como, a distribuição de tamanho de célula e morfologia celular, abertura da janela, a espessura do suporte, forma e comprimento, interconectividade, porosidade e tipo de porosidade (aberta ou fechada).

Figura 1 - Alguns componentes da estrutura de uma célula unitária



Fonte: Scheffler; Colombo, 2005.

A influência da estrutura pode ser explicada comparando-se a morfologia das paredes das espumas de produtos cerâmicos produzidos pelo método da réplica polimérica e por espumação direta de uma suspensão cerâmica, com um agente de gelificação (SCHEFFLER; COLOMBO, 2005).

Com o passar dos anos várias rotas de processamento levaram a uma variedade de materiais celulares, no que diz respeito aos materiais que os compõem, estrutura específica e resistência mecânica. As propriedades e características para cada tecnologia pode ser adaptada, em certa medida, por meio das condições experimentais utilizadas durante o processamento, dependendo das propriedades desejadas para uma aplicação específica (SCHEFFLER; COLOMBO, 2005).

### 3.1.2.2 Propriedades das cerâmicas celulares

As propriedades mecânicas das cerâmicas celulares desempenham um papel importante nas suas diversas utilizações. As



principais propriedades mecânicas são: módulo elástico, coeficiente de Poisson, tenacidade à fratura e resistência à tração e compressão. Além das propriedades básicas de um corpo celular, o fator decisivo do comportamento mecânico e das muitas propriedades pertinentes não mecânicas, é a porosidade relativa (RAMALHO, 2012; SCHEFFLER; COLOMBO, 2005).

Vários estudos trazem diferentes modelos na tentativa de explicar o comportamento mecânico das cerâmicas celulares em função da sua porosidade (GIBSON; ASHBY, 1997). Nesse estudo serão abordados apenas os modelos aplicados às cerâmicas celulares de maior destaque, que são das estruturas bidimensionais (*honeycombs*) e tridimensionais (espumas cerâmicas).

Materiais celulares são usados em aplicações de alta temperatura como em sistema de isolamento térmico, trocadores de calor, receptores solares e queimadores porosos, pois possuem alta estabilidade térmica e baixa condutividade térmica (HAMMEL; IGHODARO; OKOLI, 2014).

Assim como nas propriedades mecânicas, as propriedades térmicas dependem fortemente da composição química e do processo de fabricação. O conhecimento dessas propriedades térmicas também é essencial na resolução de problemas de transferência de calor com modelos heterogêneos (SCHEFFLER; COLOMBO, 2005).

A lei de Fourier descreve o transporte de calor num meio e inclui uma definição da condutividade térmica ( $\lambda$ ) ( $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ). De acordo com essa lei o transporte de calor é proporcional à condutividade térmica e gradiente de temperatura, conforme apresenta a Equação 1:

$$Q = \lambda \cdot \nabla T \quad \text{Equação (1)}$$

Onde:

$Q$  = densidade do fluxo de calor ( $\text{W}/\text{m}^2$ );

$T$  = temperatura (K) (SCHEFFLER; COLOMBO, 2005).

Em uma dimensão esta equação tem a forma:

$$Q = \lambda \cdot dT/dx \quad \text{Equação (2)}$$

Que pode ser integrada para um caso unidimensional homogêneo:

$$Q = \lambda \cdot A \cdot (T_2 - T_1)/l \quad \text{Equação (3)}$$

Onde se pode imaginar  $Q$  (W) como calor por unidade de tempo transferido através de um material de comprimento  $l$  (m) e uma área de seção transversal  $A$  (m<sup>2</sup>) de dois meios a temperaturas  $T_1$  e  $T_2$ . Neste caso estacionário, em cada ponto da parede da célula a temperatura é constante (SCHEFFLER; COLOMBO, 2005).

O fluxo de calor transiente é descrito pela Equação 4:

$$\rho_{CP} \cdot \frac{dT}{dt} = \lambda \cdot \nabla^2 T \quad \text{Equação (4)}$$

Onde:

$\rho$  = massa específica (kg/m<sup>3</sup>);  $t$  = tempo (s);

$\nabla^2$  = vetor Laplaciano.

Para determinação da difusividade térmica ( $k$ ), utiliza-se a seguinte expressão (Equação 5):

$$k = \lambda / \rho_{CP} \quad \text{Equação (5)}$$

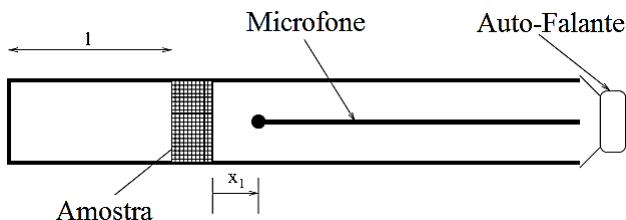
Estas definições são válidas para meios condensados ou gasosos, nos quais o transporte de calor pode ser imaginado como vibrações de rede ou colisões de moléculas ou elétrons. Cerâmicas celulares geralmente consistem de uma estrutura sólida preenchida por um fluido, que pode fluir através da estrutura, no caso de porosidade aberta (SCHEFFLER; COLOMBO, 2005).

Algumas cerâmicas celulares de células abertas têm pequenos tamanhos de célula, o que as torna adequadas para absorver as ondas de som incidente. Portanto, o conhecimento do comportamento acústico de cerâmicas celulares é importante para diversas aplicações. As propriedades acústicas podem ser modeladas de diferentes maneiras ou medidas experimentalmente (SCHEFFLER; COLOMBO, 2005).

Em particular, o comportamento acústico depende da estrutura da célula e é relativamente independente do material. Assim, os metais porosos comportam-se de maneira semelhante às cerâmicas porosas com a mesma estrutura de célula (SCHEFFLER; COLOMBO, 2005).

As propriedades acústicas são medidas, normalmente, pela técnica de microfone em movimento (Figura 2).

Figura 2 – Técnica do microfone em movimento



Fonte: Scheffler; Colombo, 2005.

Neste ensaio a amostra é posicionada dentro de um tubo rígido, selado em uma das extremidades, deixando uma cavidade de comprimento ( $l$ ) por trás da amostra. A outra extremidade do tubo será fechada por um alto-falante e esse alto-falante será excitado em uma determinada faixa de frequência. Dentro do tubo será posicionado um microfone móvel, no mesmo lado do alto-falante, e as medições da amplitude e posição ( $x_1$ ) são tomadas. A partir das informações obtidas, tem-se a medida da capacidade acústica do material (SCHEFFLER; COLOMBO, 2005).

A permeabilidade é considerada uma medida macroscópica da facilidade com a qual um fluido impulsionado por uma variação de pressão flui dos vazios de um material poroso. O fluxo de fluido através de cerâmica celular proporciona baixa queda de pressão e a capacidade de operar em condições extremas. Cerâmicas celulares são os substitutos ideais para meios porosos convencionais utilizados nos processos de alta temperatura que envolvem filtração, mistura de fluidos, reações químicas e transferência de massa. A eficiência destes processos depende, principalmente, da permeabilidade do meio poroso (SCHEFFLER; COLOMBO, 2005).

### 3.1.2.3 Métodos de formação

Existem vários métodos de processamento para a obtenção de cerâmicas porosas com estrutura celular. Estas técnicas permitem ajustar as características destas cerâmicas para se adequarem a uma determinada aplicação. O método mais adequado deve considerar a geometria da peça e as propriedades da estrutura de poros que se deseja. Estes métodos conduziram para ao desenvolvimento de uma grande variedade de rotas de processamento, inclusive patenteadas em muitos países ao redor do mundo (ZESCHKY et al., 2003; SOUSA, 2014). A

seguir são descritas algumas das principais técnicas de obtenção de cerâmicas celulares.

### 3.1.2.3.1 Método da réplica

O método de réplica baseia-se na impregnação de uma estrutura celular com uma suspensão cerâmica ou solução precursora para produzir cerâmica macroporosa (STUDART et al., 2006), conforme ilustra a Figura 3. Este método é considerado como o primeiro e o mais utilizado para a produção de cerâmicas de estrutura celular porosa. Atualmente é o mais usado na produção de filtros cerâmicos para serem usados na filtração de metais fundidos e gases a altas temperaturas.

Figura 3 - Método da réplica

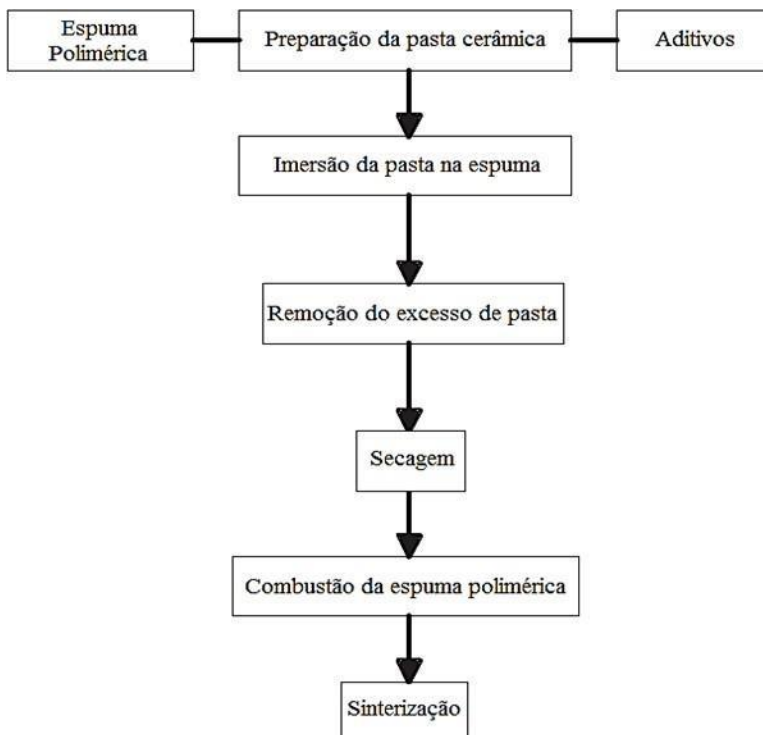


Fonte: Adaptado de Studart et al., 2006.

O processo consiste na impregnação de uma espuma polimérica de sacrifício, com células abertas por meio de uma suspensão cerâmica. O excesso de suspensão na espuma, após a impregnação, é removida e a amostra parte para um processo de secagem para, posteriormente, degradar termicamente a espuma polimérica e, finalmente ocorrer a sinterização do material cerâmico (ARGÜELLO, 2009).

O fluxograma apresentado na Figura 4 mostra o processo da réplica.

Figura 4 - Fluxograma do processo de fabricação de espumas cerâmicas pelo método de réplica



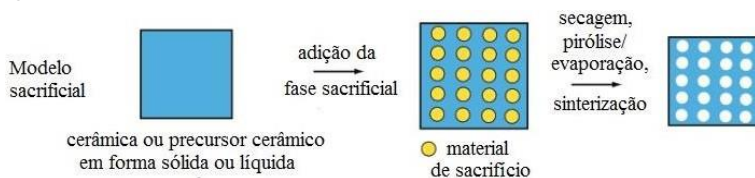
Fonte: Adaptado de Scheffler e Colombo, 2005.

A vantagem deste método é que pode ser aplicável a qualquer material cerâmico que possa ser adequadamente disperso em uma suspensão. Em contrapartida, a desvantagem é o fato de que os filamentos da estrutura reticulada possuem uma série de defeitos, como vazios no interior dos filamentos. Esses defeitos na estrutura reduzem as propriedades mecânicas (RAMALHO, 2012; EOM et al., 2013).

#### 3.1.2.3.2 Método do modelo sacrificial

A técnica de modelo sacrificial (*sacrificial template*) geralmente consiste na preparação de um compósito bifásico que compreende uma matriz contínua de partículas cerâmicas ou precursores cerâmicos e uma fase sacrificial dispersa (Figura 5) (STUDART et al., 2006).

Figura 5 - Método do modelo sacrificial



Fonte: Adaptado de Studart et al., 2006.

A técnica do modelo sacrificial (ou de sacrifício) é bastante flexível em relação às possíveis composições químicas que podem ser utilizadas no processo de fabricação (STUDART et al., 2006; EOM et al., 2013).

Resumidamente, o método de sacrifício é a técnica mais adequada para adaptar a porosidade, a distribuição do tamanho dos poros e a morfologia dos poros do componente cerâmico. O modelo sacrificial produz estruturas micro ou macro celulares com porosidade interconectada (EOM et al., 2013).

A resistência mecânica das estruturas porosas sacrificadas é considerada maior do que as dos materiais porosos produzidos através de réplica. O modelo sacrificial apresenta resistência à compressão dentro do intervalo previsto para estruturas abertas e de células fechadas. A maior limitação do método é a falta de liberdade na obtenção da geometria desejada (STUDART et al., 2006; BELTRÃO, 2011).

### 3.1.2.3.3 Método de sinterização parcial

A sinterização parcial é o método mais simples, frequentemente usado para fabricar cerâmicas porosas. Uma das vantagens desse método é a facilidade de controle dimensional devido à ocorrência de crescimento de grãos sem qualquer encolhimento e densificação (EOM et al., 2013).

### 3.1.2.3.4 Método do Gel Casting de espumas (CG)

O método *gel-casting* consiste na preparação de uma suspensão de pó cerâmico em solução contendo monômeros que, após a conformação em um molde com a geometria final da peça, é submetida a um processo de polimerização formando um gel a partir do líquido

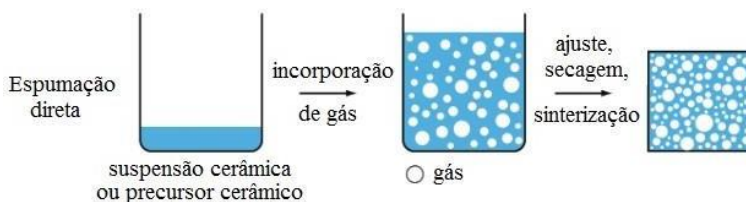
(RAMALHO, 2012; SOUSA, 2014).

Para esta técnica as suspensões devem apresentar baixa viscosidade e cinética de reação lenta, resultando em propriedades como alta resistência mecânica, alta permeabilidade e baixa condutividade térmica (SOUSA, 2014).

### 3.1.2.3.5 Técnica de formação de bolhas

O método de formação de bolhas ou espumação direta foi patenteado pela primeira vez em 1973. Neste método uma mistura contendo os constituintes desejados é tratada de modo a envolver um gás, o qual cria bolhas, tornando o material esponjoso (BERNARDIN et al., 2007). Posteriormente as espumas consolidadas são sinterizadas a altas temperaturas para a obtenção de cerâmicas porosas de alta resistência (Figura 6). A porosidade total neste método é diretamente proporcional à quantidade de gás introduzida na suspensão ou meio líquido durante o processo de formação de espuma (STUDART et al., 2006).

Figura 6 - Método da técnica de formação de bolhas



Fonte: Adaptado de Studart et al., 2006.

Para o desenvolvimento de bolhas muitas etapas devem ser aprimoradas para se obter um produto com desempenho desejado como, por exemplo, saber escolher o modelo polimérico, a preparação da pasta de cerâmica, a impregnação e o ciclo térmico compreendendo secagem, queima dos componentes voláteis e sinterização da fase cerâmica (MONTANARO et al., 1998).

Estruturas celulares preparadas por este método normalmente exibem resistência mecânica consideravelmente mais elevada do que as produzidas pelo método da réplica, isto porque nos filamentos não há fissuras e trincas (RAMALHO, 2012).

O método permite a obtenção de cerâmicas celulares com densidades tão baixas quanto  $0,2 \text{ g.cm}^{-3}$  (BERNARDIN et al., 2007) e a obtenção de espumas de poros fechados de pequenas dimensões, o que não é possível com a técnica de impregnação (BERNARDO; ALBERTINI, 2006; KIM et al., 2006 apud BERNARDIN et al., 2007). A grande desvantagem neste método é a maneira utilizada para estabilizar as bolhas incorporadas dentro da suspensão inicial ou meio líquido (RAMALHO, 2012).

Este método é o mais adequado para o uso de resíduos industriais como matéria-prima para a fabricação de espumas cerâmicas a partir da evolução de gases (BERNARDO; ALBERTINI, 2006; BERNARDO et al., 2007 apud BERNARDIN et al., 2007), objeto do presente estudo.

Uma das matérias-primas que podem ser utilizadas pelo método de formação de bolhas é o resíduo de polimento cerâmico, o qual contém carbeto de silício (SiC) em sua composição que é o agente promotor de expansão em produtos cerâmicos, na obtenção de espumas cerâmicas de baixa densidade (BERNARDIN et al., 2007).

O processo de sinterização com a utilização de resíduo de polimento é composto por dois tipos de processos de mudança: a densificação da matriz, que é o resultado do processo de sinterização em fase líquida, e a geração de poros fechados decorrente da decomposição do SiC (AMORÓS et al., 2007 apud JI et al., 2015).

Durante a queima em temperaturas de sinterização acima de  $1100^\circ\text{C}$  ocorre a formação de uma grande quantidade de fase líquida e algumas estruturas porosas começam a serem formadas. O gás produzido pela decomposição do SiC não descarregará no tempo certo e permanecerá na amostra, resultando na geração de poros fechados. Os poros fechados contêm ar que exerce uma pressão nas paredes dos poros e, com o aumento da temperatura de sinterização, a pressão aumenta fazendo com que o produto se expanda. Deste modo, ocorre a mudança drástica no volume e na densidade aparente na temperatura de expansão (JI et al., 2015).



## 4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O procedimento experimental visou produzir cerâmicas celulares a partir de resíduo de polimento de porcelanato.

São apresentados nos tópicos subsequentes os materiais e métodos utilizados para o desenvolvimento desta pesquisa.

### 4.1 MATERIAIS

Para a execução deste trabalho utilizou-se cerca de 50 kg de resíduo de polimento de porcelanato como lote padrão adquirido de uma empresa cerâmica da região de Criciúma no estado de Santa Catarina.

### 4.2 MÉTODOS

A metodologia de pesquisa foi baseada em quatro etapas, apresentadas na Figura 7.

Figura 7 - Fluxograma das etapas de pesquisa



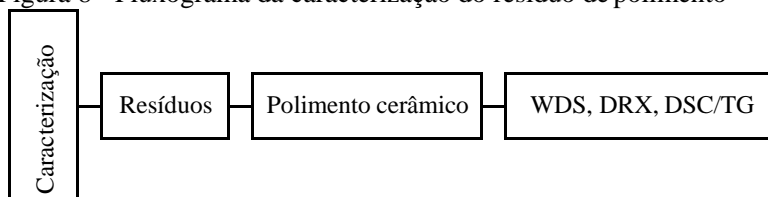
Fonte: Autor, 2019.

#### 4.2.1 Caracterização das matérias-primas

A Figura 8 mostra as análises e ensaios que foram realizados no resíduo de polimento de porcelanato. Em relação à análise química do resíduo de polimento, foi considerada a análise realizada por Steiner, Bernardin e Pelisser (2015), que coletaram durante oito semanas, amostras de resíduo de polimento de porcelanato e verificaram uma pequena variação de composição química do resíduo (Tabela 1).

Para a caracterização do resíduo foi seguido fluxograma apresentado na Figura 8.

Figura 8 - Fluxograma da caracterização do resíduo de polimento



Fonte: Autor, 2019.

#### 4.2.1.1 Análise mineralógica

A técnica de difração de raios X é a técnica de caracterização de materiais mais indicada na determinação das fases cristalinas presentes em materiais cerâmicos. Isto é possível, pois na maior parte dos sólidos (cristais), os átomos se ordenam em planos cristalinos separados entre si por distâncias da mesma ordem de grandeza dos comprimentos de onda dos raios X. Ao incidir um feixe de raios X em um cristal, este interage com os átomos presentes originando o fenômeno de difração, a qual ocorre segundo a Lei de Bragg (Equação 6) (ALBERS et al. 2002).

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad \text{Equação (6)}$$

Onde:

n: número inteiro;

$\lambda$ : comprimento de onda dos raios X incidentes; d: distância interplanar;

$\theta$ : ângulo de difração.

Com a finalidade de identificar as fases cristalinas presentes no resíduo de polimento, foi realizada a análise de raios X (DRX) com o difratômetro de raios X Bruker modelo D2 Phaser. As amostras foram secas por 12 horas a 60 °C. O material seco foi depositado em um porta-amostras do analisador com varredura entre 2 $\theta$  10 a 80°, velocidade de 2°/min, aceleração de 30 kV e 30 mA e comprimento de onda Cu K $\alpha$ 1 de  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ .

#### 4.2.1.2 Análise térmica

Realizou-se a análise térmica com a finalidade de identificar os intervalos de temperaturas para determinar a cinética de formação das cerâmicas celulares, em função da taxa de aquecimento. Empregou-se a técnica de DSC/TG em equipamento Netzsch 409 Jupiter, com taxas de

aquecimento de 5, 10, 15 e 20 °C/min com intervalo de temperatura de, aproximadamente 23 °C (temperatura ambiente) até 1200 °C, em cadinho de alumina e atmosfera de ar sintético com fluxo de 10 mL/min.

#### 4.2.1.3 Distribuição de tamanho de partícula (DTP)

A técnica de difração a laser foi utilizada para determinar a composição química, mineralógica e distribuição de tamanho das partículas do resíduo utilizado, pois o resíduo é composto por partículas da superfície do porcelanato e partículas das pedras abrasivas, que são compostas por cimento de cloro/magnésio e partículas abrasivas de carbeto de silício. A análise de DTP foi realizada na empresa Colorminas Colorifício e Mineração S/A, utilizando o método de espalhamento a laser de baixo ângulo em equipamento CILAS 990, com capacidade de medir intervalos de tamanhos de partículas de 0,2 a 500 µm.

### 4.2.2 Planejamento experimental

#### 4.2.2.1 Planejamento estatístico

As formulações utilizadas neste trabalho foram definidas a partir de um planejamento estatístico, levando em consideração três variáveis: pressão, temperatura e tempo de patamar na temperatura definida, as quais foram variadas em dois níveis, de modo a obter-se um planejamento fatorial 2<sup>3</sup>.

Dentre as diversas vantagens para a utilização do planejamento fatorial destacam-se a redução do número de ensaios sem prejuízo da qualidade da informação, a determinação da confiabilidade dos resultados e a seleção das variáveis que influenciam um processo com número reduzido de ensaios (CUNICO et al., 2008).

As temperaturas de sinterização utilizadas foram determinadas a partir do estudo da cinética de reação do resíduo de polimento da porcelanato, determinada por ensaio de DSC/TG. A partir do estudo de cinética foram determinadas como temperatura mínima e máxima 1170 e 1200 °C, respectivamente. O tempo de patamar de queima foi determinado como o tempo de ciclo total para a queima de placas cerâmicas de revestimento, por ser o modo padrão de controle na indústria cerâmica. O tempo mínimo determinado foi de 30 minutos e o tempo máximo 60 minutos.

A pressão de conformação estipulada foi de 20 MPa como

pressão mínima e de 40 MPa como pressão máxima. São pressões de compactação usuais na indústria de revestimentos cerâmicos para monoporosa e porcelanato, respectivamente. A Tabela 1 apresenta os fatores e níveis avaliados neste trabalho.

Tabela 1 - Planejamento fatorial

Corrida experimental	Variáveis		
	Pressão (MPa)	Temperatura (°C)	Tempo (minutos)
1	20	1170	30
2	20	1170	60
3	20	1200	30
4	20	1200	60
5	40	1170	30
6	40	1170	60
7	40	1200	30
8	40	1200	60

Fonte: Autor, 2018.

Para cada pressão estabelecida foram confeccionados 100 corpos de prova, os quais foram utilizados nas etapas subsequentes da pesquisa. Em cada ciclo de queima foram queimados 8 corpos de prova.

### 4.2.3 Obtenção dos corpos de prova

Para a obtenção da cerâmica celular foi utilizado o método de formação de bolhas através da presença de carbetto de silício (SiC) na composição do resíduo de polimento de porcelanato como agente promotor de expansão (BERNARDIN et al., 2007; STUDART et al., 2006).

#### 4.2.3.1 Preparação da composição cerâmica

O resíduo de polimento de porcelanato *in natura* foi seco durante 24 horas a 100°C em estufa, posteriormente foi desagregado em moinho de bolas utilizando esferas de alumina. O ciclo de moagem utilizado foi de 30 minutos.

Em seguida, o pó passou por peneiramento utilizando malha de 325 *mesh* (45 µm). Após este processo o resíduo foi umidificado com 6 % em massa de água e granulado. Com o granulado pronto foram confeccionados os corpos de prova cilíndricos de 40 × 5 mm (diâmetro × altura) uma prensa automática NANNETTI, com pressão de 20 e 40 MPa (Figura 9). Posteriormente, os corpos de prova foram secos a 100

°C em estufa elétrica de laboratório por um tempo de 2 horas.

Figura 9 – Corpos de prova antes da queima



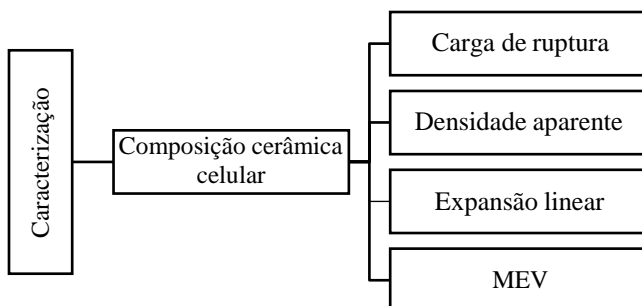
Fonte: Autor, 2019.

Após a prensagem os corpos de prova foram queimados em tempos e temperaturas distintas, conforme os níveis do planejamento fatorial descritos na Tabela 2.

#### 4.2.4 Caracterização dos corpos de prova

Após obtenção do produto queimado, o mesmo foi caracterizado conforme os ensaios apresentados na Figura 10.

Figura 10 - Fluxograma da caracterização da cerâmica celular



Fonte: Autor, 2019.

##### 4.2.4.1 Determinação da carga de ruptura

O comportamento mecânico foi determinado através da

determinação da carga de ruptura do material. A carga de ruptura do material foi avaliada através do ensaio de compressão diametral em uma máquina universal de ensaios mecânicos (EMIC, modelo DL 10000), utilizando célula de carga de 10 kN, com velocidade de 1 mm/s no Laboratório de Ensaios Mecânicos pertencente ao IDT/UNESC. Para o ensaio foram analisados 5 corpos de prova para cada condição estabelecida (pressão, temperatura e tempo de queima) e determinada a média e o desvio padrão.

De acordo com a norma ABNT NBR 7222 (2011) pode ser determinada a resistência à tração por compressão diametral pela Equação 6.

$$f_{ct,sp} = \frac{2.F}{\pi.d.l} \quad \text{Equação (6)}$$

Onde:

$f_{ct,sp}$  = resistência à tração por compressão diametral (MPa);

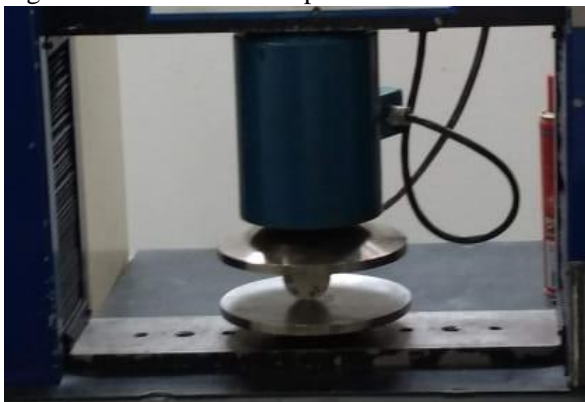
F = força máxima obtida no ensaio (N);

d = diâmetro do corpo-de-prova (mm);

l = comprimento do corpo de prova (mm).

A Figura 11 ilustra o ensaio para a determinação da carga de ruptura realizado nas amostras.

Figura 11 – Ensaio de compressão



Fonte: Autor, 2019.

#### 4.2.4.2 Densidade aparente

A densidade aparente do material foi determinada pelo método de Arquimedes. O corpo de prova seco foi inicialmente pesado e, posteriormente imerso em água para determinar a força peso necessária para imergir o corpo de prova, sendo esta o empuxo para deslocar a água. A densidade é dada pela expressão apresentada na Equação 7.

$$d = \frac{d_a \cdot P_a}{P_a - P_i} \quad \text{Equação (7)}$$

Onde:

$d_a$  = densidade da água;

$P_a$  = massa da amostra seca;

$P_i$  = massa da amostra imersa na água.

Foram analisados 8 corpos de prova para cada condição estabelecida determinando-se a média e o desvio padrão. A Figura 12 apresenta o esquema montado para análise de densidade.

Figura 12 - Ensaio de densidade aparente



Fonte: Autor, 2019.

#### 4.2.4.3 Expansão linear

Para o ensaio de expansão linear foram medidos os diâmetros das amostras antes e após o aquecimento. A variação obtida nas medidas foi calculada com base na expansão verificada no diâmetro das amostras, após serem submetidas ao aquecimento.

Para o ensaio foram utilizados 8 corpos de prova para cada pressão, temperatura e tempo de queima e foi determinada a média e o desvio padrão dos resultados obtidos.

#### 4.2.4.4 Análise microestrutural

Foi realizada a análise microestrutural por microscopia eletrônica de varredura (MEV) com a finalidade de analisar o formato e o tamanho dos poros do produto obtido, bem como o tipo de estrutura celular. Para isso os corpos de prova foram cortados em amostras de  $2 \times 4$  cm e recobertos com ouro para analisar os poros pela seção transversal do corte das amostras.

A avaliação microestrutural foi realizada em microscópio eletrônico de varredura (MEV), marca JEOL JSM-6390LV e o aumento utilizado foi de  $50 \times$ . A análise foi realizada no Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LCME, [www.lcme.ufsc.br](http://www.lcme.ufsc.br)) da UFSC.



## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 CARACTERIZAÇÃO DO RESÍDUO

São apresentados os resultados dos ensaios de caracterização do resíduo de polimento de porcelanato, utilizado para a confecção dos corpos de prova e, com base nesses resultados, foram determinadas as condições de trabalho para a obtenção da cerâmica celular.

#### 5.1.1 Caracterização do resíduo de polimento cerâmico

A Tabela 2 apresenta a análise química do resíduo de polimento de porcelanato coletado no município de Criciúma no estado de Santa Catarina por um período de oito semanas, sendo o resultado a média de 11 amostragens. O resíduo é formado principalmente por sílica (~ 67 % em massa) e alumina (~ 21 %) (STEINER; BERNARDIN; PELISSER, 2015). Há presença de óxidos alcalinos (~5 %) e alcalino-terrosos (~3 %) nas amostras, além de  $\text{TiO}_2$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (~2 %) como contaminação, e de  $\text{ZrO}_2$  (~0,5 %), utilizado para aumentar o grau de alvura das composições. Este tipo de composição é característico de revestimentos cerâmicos de porcelanato (BAUCIA JR. et al., 2010).

Tabela 2 – Análise química do resíduo de polimento de porcelanato

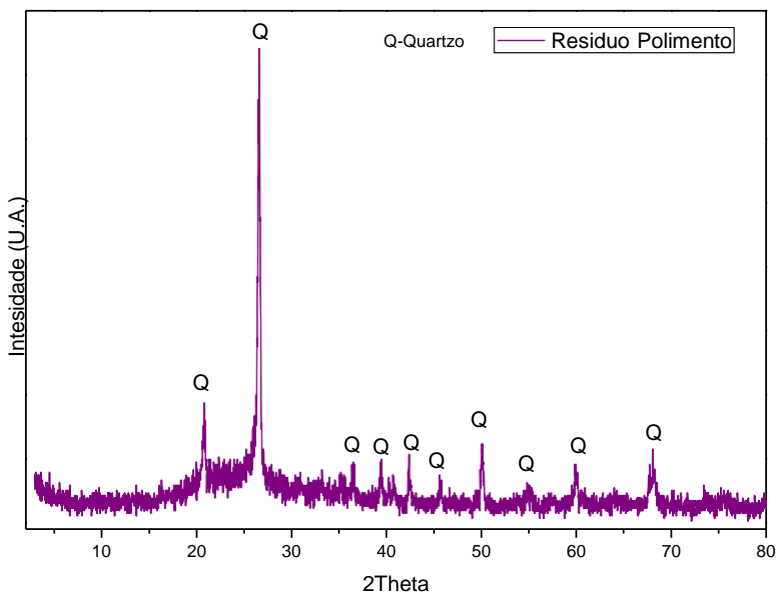
Oxidos	% em massa
$\text{Al}_2\text{O}_3$	20,47
$\text{CaO}$	1,83
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	1,73
$\text{K}_2\text{O}$	2,38
$\text{MgO}$	1,35
$\text{Na}_2\text{O}$	2,98
$\text{P}_2\text{O}_5$	0,09
$\text{SiO}_2$	67,13
$\text{TiO}_2$	0,69
$\text{BaO}$	0,19
$\text{ZrO}_2$	0,45
Perda ao fogo	0,53

Fonte: Steiner; Bernardin; Pelisser, 2015.

### 5.1.1.1 Análise mineralógica

Na Figura 13 é apresentado o difratograma para o resíduo de polimento utilizado nesta pesquisa. A análise mineralógica mostrou que a principal fase cristalina encontrada é o quartzo ( $\text{SiO}_2$ , ICSD 01-070-3755), fase normalmente presente em materiais cerâmicos queimados em altas temperaturas, além disso, a fase reportada é coerente com as fases reportadas por outros autores que tem utilizado este tipo de resíduos (MATOS et al., 2018).

Figura 13 – Difratograma do resíduo de polimento trabalhado



Fonte: Autor, 2019.

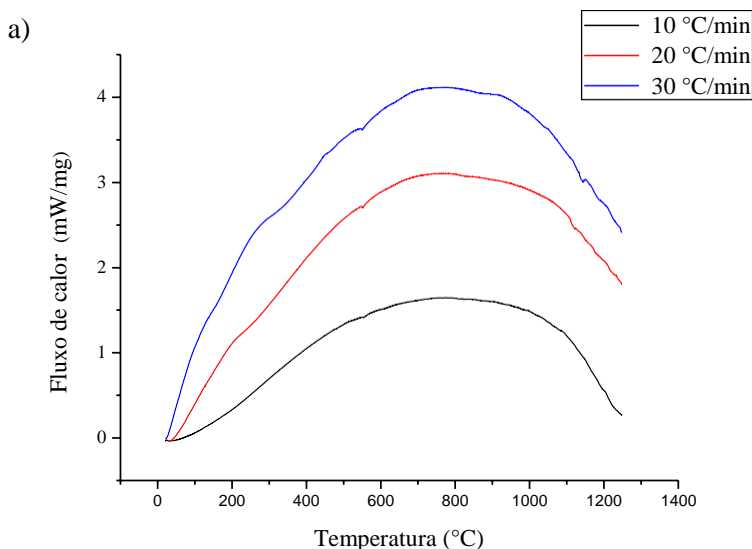
### 5.1.1.2 Análise térmica

Na Figura 14 são mostradas as curvas de DSC do resíduo de polimento de porcelanato. A partir dessas curvas se observa em 577 °C a transformação de fase característica do quartzo  $\alpha$  para o quartzo  $\beta$ . Entre 1100 e 1200 °C há uma transição endotérmica de maior intensidade para todas as amostras, indicando o repentino amolecimento do material, causado pela presença de feldspatos na composição dos

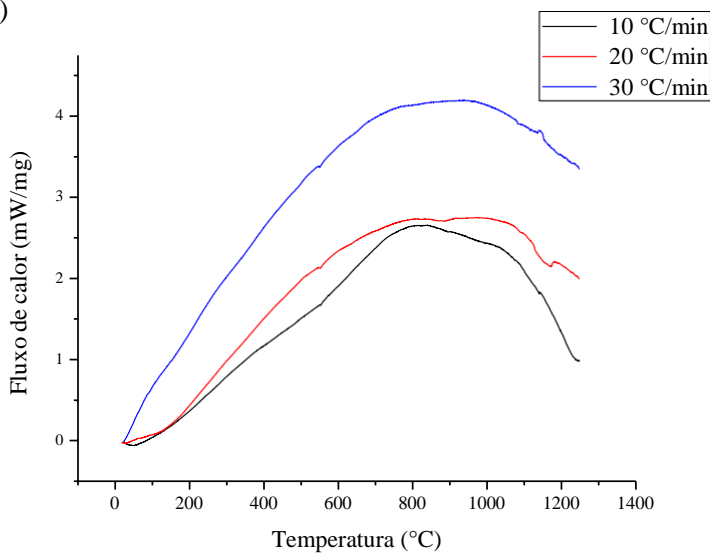
porcelanatos (RAMBALDI et al., 2007), dando início à transição vítrea do resíduo (BERNARDIN et al., 2007). Além disso, foi observado que quanto maior a taxa de aquecimento das amostras, maior é o fluxo de calor sofrido por estas.

De acordo com a análise, as temperaturas de queima escolhidas para as cerâmicas celulares foram 1170 °C, menor temperatura de transformação, e 1200 °C, a maior temperatura de transformação observada. A energia de ativação encontrada foi de 271.179 J/mol e foi calculada pelo método isoconvensional (SCARAVELLI et al., 2014).

Figura 14 – Análise térmica por calorimetria exploratória diferencial do em ar (a) e em N<sub>2</sub> (b) do resíduo de polimento em diferentes taxas de aquecimento



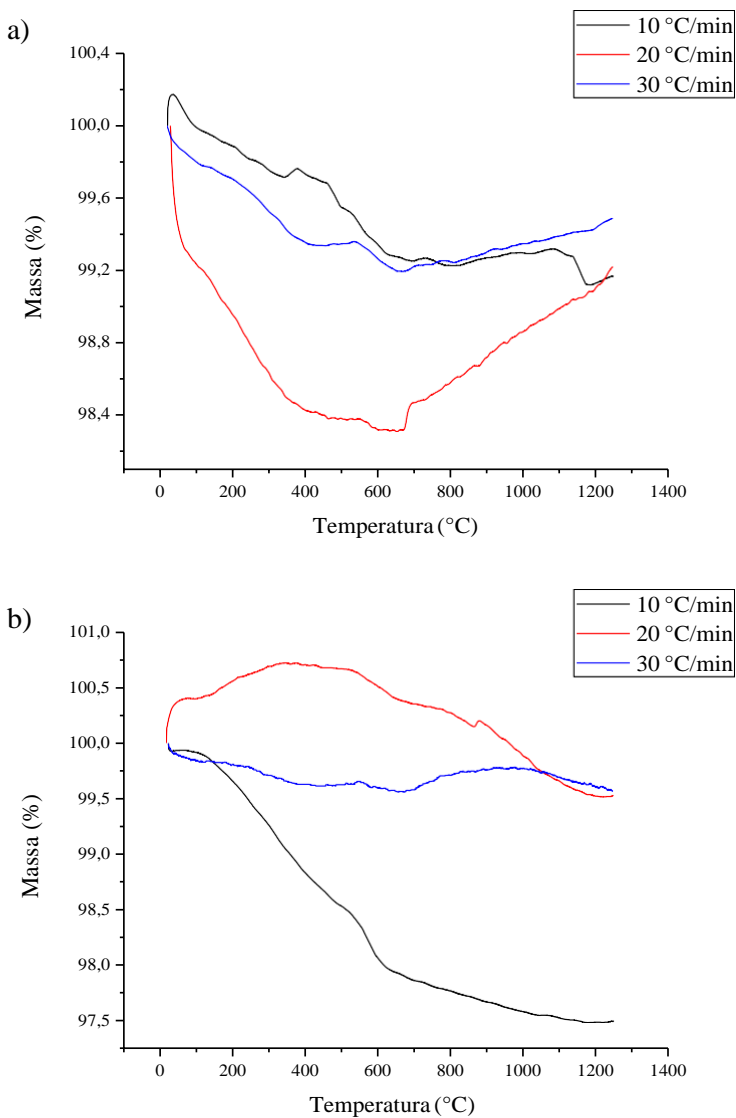
b)



Fonte: Autor, 2019.

Na Figura 15 são mostradas as curvas de TG do resíduo de polimento de porcelanato.

Figura 15 – Análise termogravimétrica em ar (a) e em  $N_2$  (b) do resíduo de polimento em diferentes taxas de aquecimento

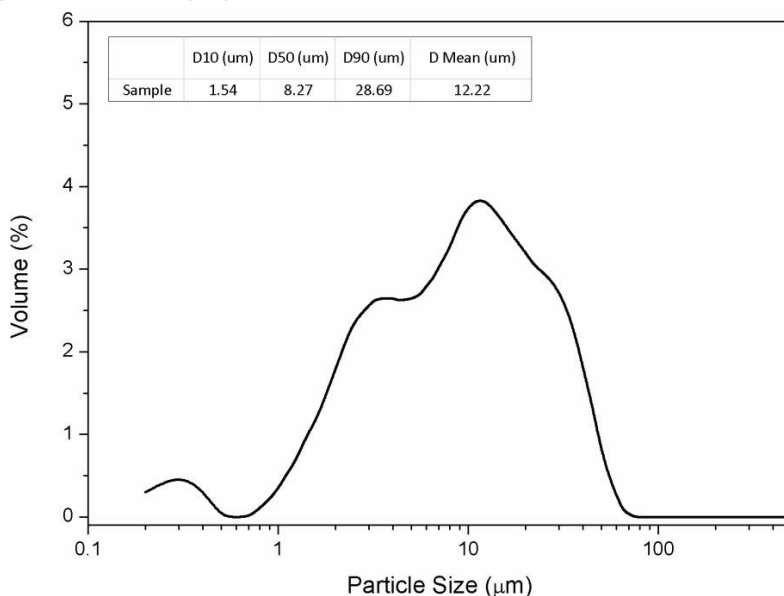


Fonte: Autor, 2019.

### 5.1.1.3 Distribuição de tamanho de partícula

A Figura 16 mostra a distribuição de tamanho de partícula. Como se observa, 90 % das partículas é inferior a 30  $\mu\text{m}$  e com um diâmetro médio de 12,22  $\mu\text{m}$ . Este diâmetro pode favorecer uma maior reatividade do resíduo de polimento durante o processo de queima. Este diâmetro médio pode ser associado a maior reatividade do resíduo de polimento durante o processo de queima. No trabalho de Steiner, Bernardin e Pelisser (2015) o tamanho das partículas do resíduo de polimento variou entre 5,7 e 12,2  $\mu\text{m}$ , com média entre as 11 amostras de 9  $\mu\text{m}$ , tamanho equivalente ao deste trabalho.

Figura 16 – Distribuição granulométrica do resíduo de polimento após processo de desagregação



Fonte: Autor, 2019.

## 5.2 CARACTERIZAÇÃO DA CERÂMICA CELULAR OBTIDA

A seguir são apresentados os resultados das caracterizações da cerâmica celular nas diferentes condições de processamento.

### 5.2.1 Determinação da carga de ruptura

Com relação ao comportamento mecânico pode ser observado que a resistência à tração diminui com o aumento do tempo e da temperatura. Já a pressão de compactação tem um efeito positivo na resistência mostrando que de 20 para 40 MPa há um aumento, esses aumentos variam de 4,9 a 15,5 %. No entanto, o tempo de queima parece ter um efeito muito mais significativo já que as reduções da resistência de 30 para 60 minutos foram de 19 a 36 % aproximadamente. Segundo o reportado num estudo com amostras contendo carbetto silício a resistência mecânica à tração por flexão diminui com o aumento da porosidade (GARCÍA-TEN et al., 2012). No outro estudo onde foi avaliada a adição de resíduos de abrasivo de SiC em resíduos de polimento de porcelanato e observaram que a adição crescente do abrasivo no resíduo de polimento ocasionou a redução na resistência mecânica à flexão, devido à quantidade e tamanho de poros formados (BERNARDIN et al., 2007). Portanto esse decréscimo na resistência à tração encontrado nas amostras quando foi aumentado o tempo do ciclo de queima é decorrente da maior quantidade e tamanho de poros formados que, consequentemente reduziu a resistência mecânica para as amostras submetidas à essas condições.

**Tabela 3 – Resultados para a carga de ruptura**

Pressão (MPa)	Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	Resistência Mecânica (MPa)
20	1170	30	9,12 ± 0,76
20	1170	60	6,72 ± 0,56
20	1200	30	8,16 ± 0,42
20	1200	60	5,15 ± 0,26
40	1170	30	9,57 ± 1,61
40	1170	60	7,76 ± 0,17
40	1200	30	9,16 ± 1,79
40	1200	60	5,86 ± 0,70

Fonte: Autor, 2019

Com o intuito de validar esses resultados estatisticamente na Tabela 4 é mostrada a análise ANOVA para a resistência a tração

avaliada por compressão diametral. Pode ser observado que a análise mostra que a variável que teve efeito significativo foi o tempo com um 90 % de confiança. O ajuste do modelo foi  $R^2$  foi de 0,96451.

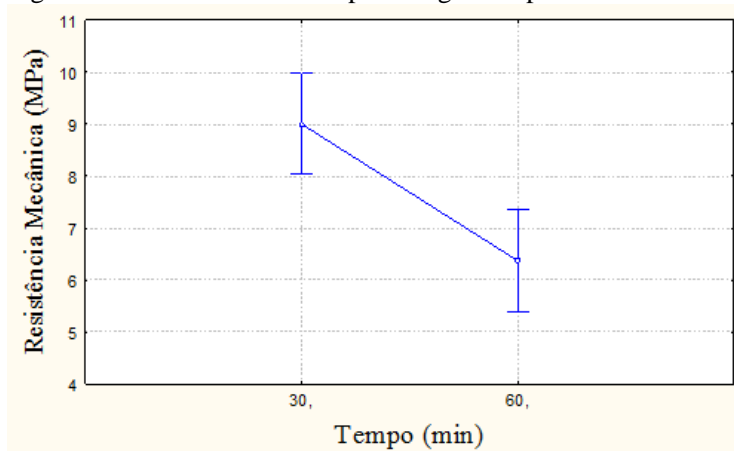
Tabela 4 – ANOVA para carga de ruptura (N)

Fator	SQ	v	MQ	F	p
(1) Pressão (MPa)	1,27567	1	1,27567	13,4415	0,169519
(2) Temperatura (°C)	2,92521	1	2,92521	30,8225	0,113453
(3) Tempo (min)	13,8528	1	13,8528	145,964	0,052574
Pressão × Temperatura	0,00645	1	0,00645	0,06790	0,837697
Pressão × Tempo	0,01317	1	0,01317	0,13880	0,772949
Temperatura × Tempo	0,55076	1	0,55076	5,80320	0,250488
Erro	0,09491	1	0,09491		
$SQ_{Total}$	18,71893	7			

Fonte: Autor, 2019.

Na Figura 17 é apresentado o gráfico de médias para a resistência a tração em função do tempo do ciclo de queima. Pode ser observado que os tempos utilizados nos ciclos de queima neste estudo (30 e 60 minutos) são significativamente diferentes entre si. O tempo de queima é a variável que mais influencia na resistência mecânica das espumas cerâmicas obtidas.

Figura 17 – Gráfico de Pareto para carga de ruptura



Fonte: Autor, 2019.



### 5.2.2 Densidade aparente

Com relação à densidade aparente foi observado que a medida que aumento o tempo de queima há uma redução significativa na densidade aparente assim como também com o aumento da temperatura. Para as amostras submetidas à pressão de 20 MPa, na temperatura de 1170 °C foi observada uma redução da média da densidade aparente de 35,3 % e de 29,5 % para a temperatura de 1200 °C no tempo de queima de 60 minutos, com relação ao tempo de queima de 30 minutos. Para as amostras submetidas à pressão de 40 MPa a menor média observada foi para a temperatura de com temperatura de queima de 1200 °C durante o tempo de 60 minutos, a qual apresentou uma redução de 22,9 % com relação à média para a temperatura de 1170 °C durante o mesmo tempo de queima. Esse comportamento esta associado a aumento da porosidade, visto que, de acordo com outras pesquisas relacionadas (JI et al., 2015; SHUI et al., 2011; SILVEIRA et al., 2014) tem se encontrado quanto maior a temperatura de queima, maior o número de poros e, conseqüentemente menor a densidade aparente da amostra.

**Tabela 5 – Resultados para densidade aparente após a queima**

Pressão (MPa)	Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	Densidade aparente (g/cm <sup>3</sup> )
20	1170	30	1,24 ± 0,04
20	1170	60	0,80 ± 0,03
20	1200	30	0,91 ± 0,02
20	1200	60	0,64 ± 0,02
40	1170	30	1,26 ± 0,04
40	1170	60	0,81 ± 0,01
40	1200	30	0,90 ± 0,02
40	1200	60	0,63 ± 0,01

Fonte: Autor, 2019.

Desta forma, pode-se observar que os corpos de prova com as menores médias de densidade aparente foram expostos a maior pressão (40 MPa), maior temperatura de queima (1.200 °C) e maior tempo de queima (60 minutos).

A diminuição da densidade aparente esta associada com a

decomposição do carvão de silício, o melhor a dizer à oxidação do Silício para formar  $\text{SiO}_2$  e liberação de  $\text{CO}_2$  nesse processo gerando a expansão no material e o consequente aumento de volume decorrente do aumento da temperatura, além da massa reduzida após o processo de queima (KUMMER et al., 2007; SANTANA et al., 2016; SILVEIRA et al., 2014).

Na Tabela 6 é apresentada a análise estatística ANOVA para a densidade aparente das amostras. Com um ajuste de modelo de  $R^2$  de 0,99829 e 95 % de confiança as variáveis mais significativas para a densidade foram a temperatura, o tempo e a interação entre o tempo e a temperatura, sendo o tempo a variável que fica em primeiro como a que mais influencia esse comportamento. Isto é devido a que em tempos maiores a cinética de decomposição dos gases se dá de uma forma mais homogênea, permitindo uma maior formação de poros e por tanto, uma densidade aparente menor.

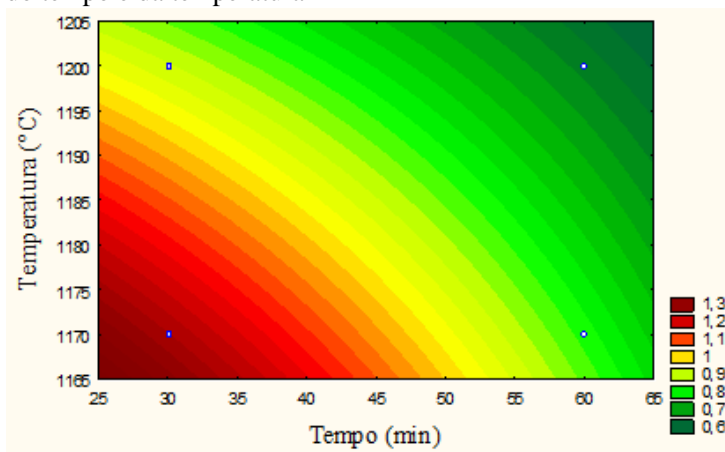
Tabela 6 – ANOVA para a densidade aparente

Fator	SQ	v	MQ	F	p
(1) Pressão (MPa)	0,000015	1	0,000015	0,158000	0,758943
(2) Temperatura ( $^{\circ}\text{C}$ )	0,136373	1	0,136373	1401,550	0,017001
(3) Tempo (min)	0,246578	1	0,246578	2534,166	0,012645
Pressão $\times$ Temperatura	0,000119	1	0,000119	1,227000	0,467548
Pressão $\times$ Tempo	0,000011	1	0,000011	0,111000	0,795167
Temperatura $\times$ Tempo	0,015269	1	0,015269	156,9230	0,050713
Erro	0,000097	1	0,000097		
SQTotal	0,398462	7			

Fonte: Autor, 2019.

Na Figura 18 é mostrado o gráfico de superfície de resposta para a densidade aparente em função das variáveis de tempo e temperatura. Para as cerâmicas celulares são requeridas densidades bem menores a unidade. Segundo o gráfico maior tempo queima e maior temperatura vai favorecer a formação de corpos de prova com densidades ao redor dos  $0,6 \text{ g/cm}^3$ .

Figura 18 – Superfície de resposta para densidade aparente em função do tempo e da temperatura



Fonte: Autor, 2019.

### 5.2.3 Expansão linear

Analisando os resultados de expansão linear das amostras, como mostrado na Tabela 7 o maior percentual de expansão linear verificado foi de 23,6 % para as amostras submetidas à pressão de compactação de 40 MPa, com tempo de queima de 60 minutos e temperatura de 1200 °C. Já o menor percentual de expansão linear foi verificado para as amostras submetidas à pressão de compactação de 20 MPa, temperatura de queima de 1170 °C durante um tempo de queima de 30 minutos.

Kummer et al. (2007) observaram que as formulações contendo resíduo de polimento de porcelanato apresentaram retração quando queimadas à 1100 e 1150 °C, enquanto que, para a temperatura de queima de 1200 °C ocorreu a expansão nas peças. Segundo Bernardin (Bernardin et al., 2006) a expansão em cerâmicas celulares obtidas com resíduos de polimento de porcelanato ocorre em temperaturas de queima de 1180 °C, o qual está associado a presença das partículas de SiC que provem da pedra utilizada para fazer o polimento no porcelanato.

García-Ten et al. (2012) encontraram que aumentando a temperatura de queima para 1190 °C acelera o processo de expansão das peças, devido ao aumento da pressão do gás nos poros a partir da liberação de CO<sup>2</sup> e CO durante a oxidação do SiC.

Estes gases presentes no interior das peças são produzidos/eliminados durante o ciclo térmico, onde o gás existente no

interior das peças, e os gases eventualmente formados em razão das reações que vão ocorrendo entre os componentes da massa, devem ser eliminados, ou seja, transportados ao meio externo, à medida que avança o processo de sinterização (ARANTES et al., 2001).

**Tabela 7 – Resultados para expansão linear após a queima**

Pressão (MPa)	Temperatura (°C)	Tempo (minutos)	Expansão linear (%)
20	1170	30	1,72 ± 0,86
20	1170	60	14,6 ± 0,91
20	1200	30	10,6 ± 0,94
20	1200	60	21,2 ± 1,46
40	1170	30	2,54 ± 0,83
40	1170	60	16,4 ± 0,65
40	1200	30	12,5 ± 0,77
40	1200	60	23,6 ± 1,08

Fonte: Autor, 2019.

Conforme apresenta a Tabela 8, na análise de variância ANOVA é possível observar que foram significativos para os resultados de expansão linear a temperatura e o tempo com um 95 % de confiança. O modelo apresentou um ajuste de  $R^2 = 0,99793$ .

Os resultados amostram coerência também com o mostrado pelo comportamento na densidade. Sendo assim, portanto que as variáveis sobre as quais se devem ter um estrito controle para garantir uma adequada expansão e uma baixa densidade são o tempo e a temperatura de queima, em poucas palavras o ciclo de queima é o que vai definir o comportamento do material com relação a essas variáveis.

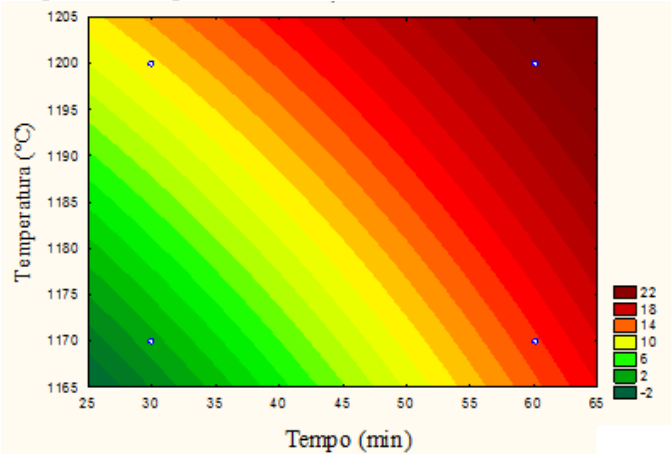
Tabela 8 – ANOVA para a expansão linear

Fator	SQ	v MQ	F	p
(1) Pressão (MPa)	5,0061	1 5,0061	39,730	0,100165
(2) Temperatura (°C)	128,8478	1 128,8478	1022,585	0,019902
(3) Tempo (min)	287,0288	1 287,0288	2277,970	0,013337
Pressão × Temperatura	0,1581	1 0,1581	1,255	0,463970
Pressão × Tempo	0,1081	1 0,1081	0,858	0,524415
Temperatura × Tempo	3,9099	1 3,9099	31,031	0,113079
Erro	0,1260	10,1260		
SQTotal	425,1848	7		

Fonte: Autor, 2019.

Na Figura 19 é mostrado o gráfico de superfície de resposta para a expansão linear em função das variáveis de tempo e temperatura. Como se pode observar o tempo tem uma influencia muito mais marcada que a temperatura, sendo que com o aumento da temperatura são conseguidas expansões da ordem de 10 % e com o aumento de tempo são atingidas expansões acima de 14 %.

Figura 19 – Superfície de resposta para a expansão lineal em função do tempo e da temperatura

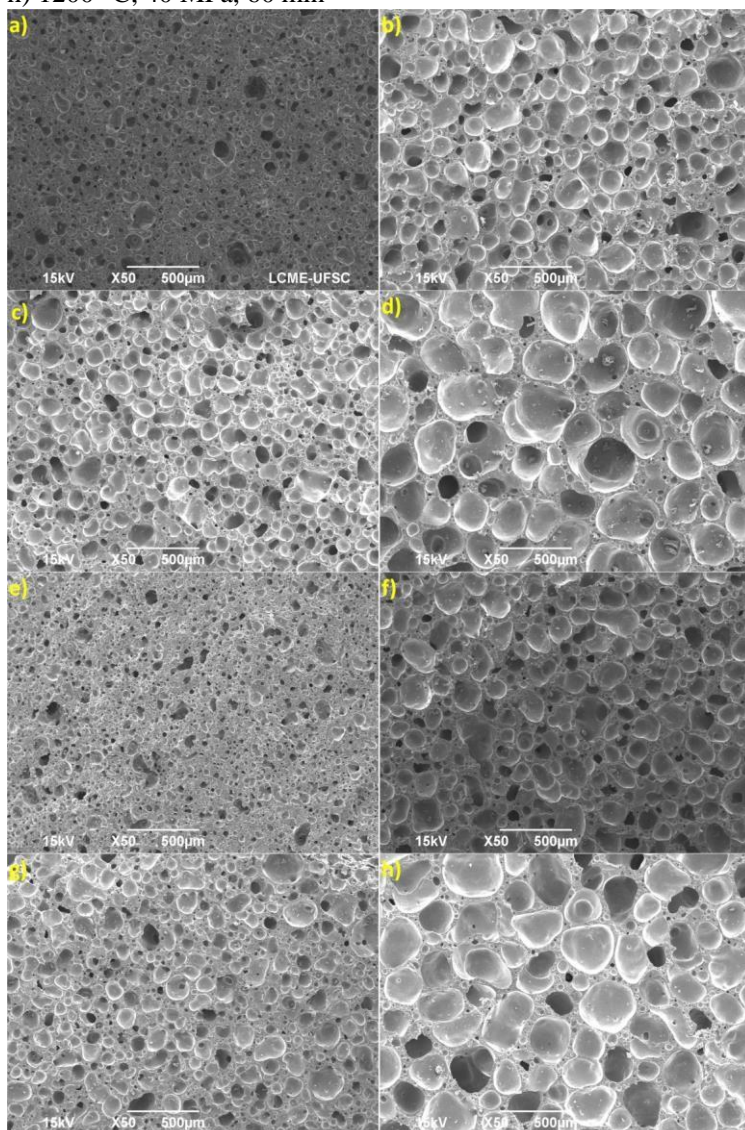


Fonte: Autor, 2019.

5.2.4 Análise microestrutural

Na Figura 20 são apresentadas as micrografias das amostras nas diferentes condições.

Figura 20 – Micrografias de varredura das amostras nas diferentes condições; a) 1170 °C, 20 MPa, 30 min; b) 1170 °C, 20 MPa, 60 min; c) 1200 °C, 20 MPa, 30 min; d) 1200 °C, 20 MPa, 60 min; e) 1170 °C, 40 MPa, 30 min; f) 1170 °C, 40 MPa, 60 min; g) 1200 °C, 40 MPa, 30 min; h) 1200 °C, 40 MPa, 60 min

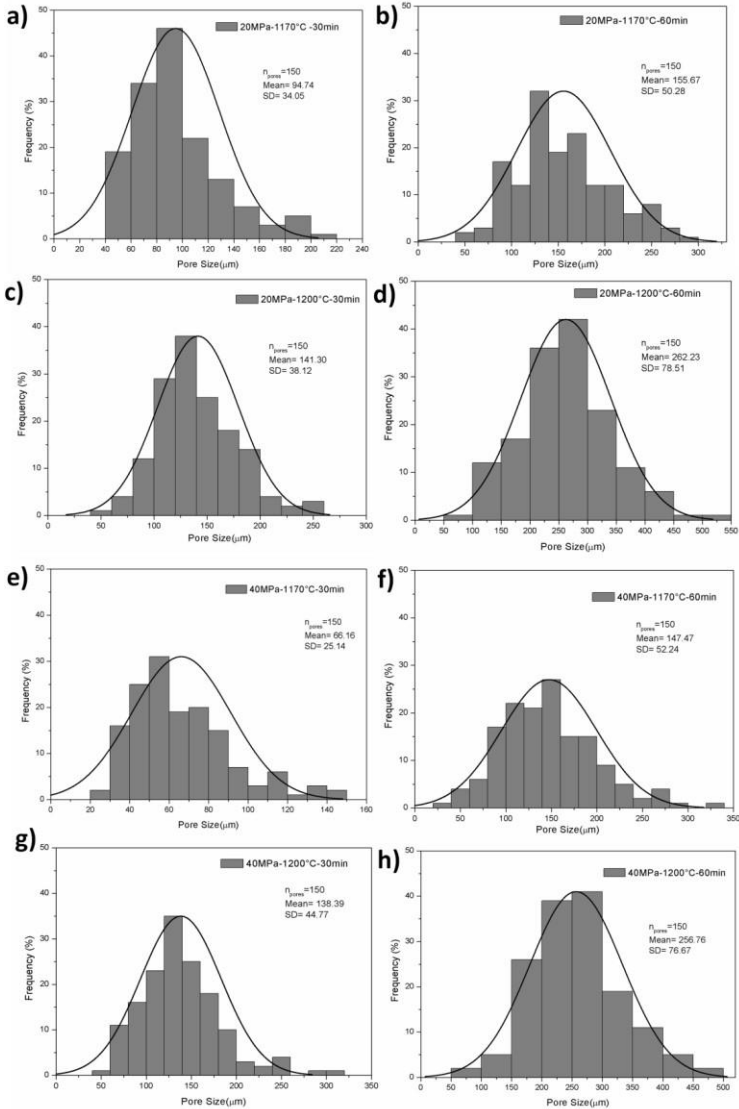


Fonte: Autor, 2019.

Como se pode observar há um aumento significativo no tamanho dos poros de uma condição para outra, principalmente com o aumento do tempo de queima (60 min), é observado um crescimento, além de uma homogeneização no formato, vão tendendo a ser mais esféricos. Também é claro que a maior temperatura (1200 °C), há uma maior quantidade de poros formados e de maior tamanho comparados com os formados na temperatura menor (1170 °C). No que se refere à pressão de compactação não há uma tendência de como afeta os poros, o qual confirma os resultados obtidos no comportamento mecânico, densidade e expansão linear, onde os fatores que mais influenciaram foram o tempo e a temperatura na queima.

Na Figura 21 são mostrados os gráficos dos histogramas de frequência da distribuição de poros nas diferentes condições. Como se observa a distribuição de poros de todas as imagens analisadas apresentam um comportamento de distribuição normal. Nas amostras com pressão de 20 MPa (a, b, c e d) é observado com o incremento no tamanho de poro se da conforme é aumentado o tempo e, quando é comparado nos mesmos tempos de queima o incremento na temperatura é o que faz a média dos poros aumentar. Esse mesmo comportamento é observado para a pressão de 40 MPa (e, f, g e h), mostrando assim que o efeito combinado de tempo e temperatura de queima influenciam significativamente a média da distribuição de poros, já que da menor condição tanto em 20 MPa como em 40 MPa para a maior condição de tempo e temperatura há um incremento na média de mais de 170 %. Além disso, é observado também que a pressão de compactação não teve influencia nesse comportamento, como já tinha sido percebido nas outras variáveis, pois as médias e os desvios padrões são praticamente iguais quando são mantidas as mesmas condições de tempo e temperatura nas pressões de 20 e 40 MPa. Esses resultados são coerentes com o reportado por outros autores (KIRSEVER; TOPLAN, 2016; SHUI et al., 2011), onde é mostrado quanto mais alta a temperatura de sinterização, mais intensa será a reação de oxidação da partícula de SiC e, conseqüentemente maiores os poros fechados gerados, pois o produto gasoso no poro fechado incha linearmente com o aumento do tempo e da temperatura.

Figura 21 - Distribuição de poros das amostras nas diferentes condições; a) 1170 °C, 20 MPa, 30 min; b) 1170 °C, 20 MPa, 60 min; c) 1200 °C, 20 MPa, 30 min; d) 1200 °C, 20 MPa, 60 min; e) 1170 °C, 40 MPa, 30 min; f) 1170 °C, 40 MPa, 60 min; g) 1200 °C, 40 MPa, 30 min; h) 1200 °C, 40 MPa, 60 min



Fonte: Autor, 2019.



## 6 CONCLUSÕES

Pelo presente estudo pode ser concluído que:

- O resíduo de polimento é um produto viável para a obtenção de cerâmicas celulares;
- Para o ensaio mecânico de determinação da carga de ruptura, as variáveis que exerceram maior influência sobre os valores de carga de ruptura foram o tempo de queima, a pressão de compactação e a temperatura de queima, respectivamente. Quanto maior a pressão de prensagem, maiores os valores de carga de ruptura e, quanto maior o tempo de queima, menores são esses valores;
- Para o ensaio de densidade aparente as variáveis que mais influenciaram os valores foram o tempo e a temperatura de queima. O aumento da temperatura de queima e do tempo de exposição à essa temperatura ocasionou a redução da densidade aparente das amostras;
- Para a expansão linear quanto maior a temperatura e o tempo de queima, maiores foram os valores obtidos para o ensaio de expansão linear.

Os resultados dos ensaios reforçam entre si a influência dos parâmetros de produção das cerâmicas celulares, visto que, para a obtenção de cerâmicas com maiores quantidades e tamanhos de poros decorrentes da reação de expansão gerada pelo SiC é necessário o aumento da temperatura e do tempo de queima.

Controlando essas variáveis é possível obter cerâmicas celulares com propriedades que atendam às necessidades de diversos setores produtivos, além de oferecerem uma solução quanto à deposição de resíduos de polimento cerâmico e ocasionarem um menor consumo de matérias-primas por parte da indústria cerâmica.



## REFERÊNCIAS

ALBERS, A. P. F. et al. Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de raios X. **Cerâmica**. p.34-37. jan./mar. 2002.

ANFACER (Associação Nacional de Fabricantes de Cerâmica e Congéregos do Brasil) **História da Cerâmica**. Disponível em: < <https://www.anfacer.org.br/historia-ceramica> >. Acesso em: 06 set. 2018.

ARANTES, F. J. S. et al. O manchamento e a porosidade fechada de grês porcelanato. **Cerâmica Industrial**, v. 6, n. 3, p. 18-25, maio/jun. 2001.

ARGÜELLO, V. M. **Obtenção e caracterização de espumas cerâmicas de alumina para uso como queimadores radiantes**. 2009. 87 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2009.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 7222: Concreto e argamassa: Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos. Rio de Janeiro, 2011.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 10004: Resíduos sólidos: classificação. Rio de Janeiro, 2004.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 13817: Placas cerâmicas para revestimento: classificação. Rio de Janeiro, 1997.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 13818: Placas cerâmicas para revestimento: especificação e métodos de ensaios. Rio de Janeiro, 1997.

BAUCIA JR., J. A. et al. Estudo de fundentes alternativos para uso em formulações de porcelanato. **Cerâmica**. 2010, vol.56, n.339, p. 262-272.

BERNARDIN, A.M. et al. Reaproveitamento de Resíduos de Polimento e de Esmaltação para Obtenção de Cerâmica Celular. **Cerâmica**

**Industrial**, v. 11, p. 31-34. Set/Dez 2006.

BERNARDIN, A.M. et al. Cerâmicas celulares obtidas a partir de Resíduos de Polimento. **Cerâmica Industrial**, 2007.

BERNARDIN, A. M.; SILVA, M. J. da; RIELLA, H. G. Characterization of cellular ceramics made by porcelain tile residues. **Materials Science and Engineering**, n.A 437. p. 222–225, 2006.

BELTRÃO, M. S. S. Avaliação dos parâmetros morfométricos de cerâmicas celulares obtidas a partir de polímeros organometálicos. Tese (Doutorado). Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2011. 128 p.

CASAGRANDE, M. C. et al. Reaproveitamento de resíduos sólidos industriais: processamento e aplicações no setor cerâmico. **Cerâmica Industrial**, v. 13, p. 34-42, jan./abr. 2008.

COSTA, C. H. da. **Estudo ecotoxicológico para valorização do resíduo produzido no processo de polimento de piso porcelanato na indústria cerâmica**. 2010. 153 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Ambiental) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2010.

CUNICO, M. W. M. et al. Planejamento fatorial: Uma ferramenta estatística valiosa para a definição de parâmetros experimentais empregados na pesquisa científica. **Biblioteca digital de periódicos, UFPR**, v. 9, n.1, p. 23-32, 2008.

D'AMORE, G. K. O. et al. Innovative thermal and acoustic insulation foam from recycled waste glass powder. **Journal of Cleaner Production**, v. 165, p. 1306-1315, 2017.

EOM, J. H. et al. Processing and properties of macroporous silicon carbide ceramics: A review. **Journal of Asian Ceramic Societies**. v. 1, p. 220-242, 2013.

GARCIA-TEN, J. et al. Development of lightweight porcelain stoneware tiles using foaming agents. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 32, ed. 4, p. 745-752. 2012.

GIBSON, L. J.; ASHBY, M. F. Cellular solids: structure and properties, 2.ed. **Cambridge University Press**, Cambridge, 1997.

GUO, Y. et al. Novel glass ceramic foams materials based on polishing porcelain waste using the carbon ash waste as foaming agent. **Construction and Building Materials**, v. 125, p. 1093-1100, 2016.

HAMMEL, E. C.; IGHODARO O. L. R.; OKOLI, O. I. Processing and properties of advanced porous ceramics: An application based review. **Ceramics International**, v. 40, p. 15351-15370, 2014.

HUANCA, K. Z.; NUNES, A. B. A. Obtenção de espumas cerâmicas a partir de resíduo da terra diatomácea e ignimbrita pelo método de réplica. **Cerâmica**, v. 62, p. 110-114, 2016.

JACOBY, P. C.; PELISSER, F. Pozzolanic effect of porcelain polishing residue in Portland cement. **Journal of Cleaner Production**, v. 100, p. 84-88, 2015.

JI, R. et al. Synthesis, characterization and modeling of new building insulation material using ceramic polishing waste residue. **Construction and Building Materials**, v. 85, p. 119-126, 2015.

KUMMER, L. et al. Reutilização dos resíduos de polimento de porcelanato e feldspato na fabricação de novo produto cerâmico. **Cerâmica Industrial**, v. 12, n.3, p. 34-38, maio/jun. 2007.

MARQUES, L. N. et al. Re-aproveitamento do resíduo do polimento de porcelanato para utilização em massa cerâmica. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v.2, n. 2, p. 34-42, 2007.

MATOS, P.R. et al. Use of porcelain polishing residue as a supplementary cementitious material in self-compacting concrete. **Construction and Building Materials**, v. 193, p. 623-630, 2018b.

MENEZES, Romualdo R.; NEVEZ, Gelmires de A.; FERREIRA, Heber C. O estado da arte sobre o uso de resíduos como matérias-primas

cerâmicas alternativas. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, v.6, n.2, p.303-313, 2002.

MONFORT, E.; ENRIQUE, J. E. Economia Energética e Vantagens Meioambientais da Reutilização de Resíduos. **Cerâmica Industrial**, v. 1, p. 14-20, ago./dez. 1996.

MONTANARO, L. et al. Ceramic foams by powder processing. **Journal of the European Ceramic Society**, v.18, ed.9, p.1339-1350. 1998.

PENTEADO, C.S.G. et al. Reusing ceramic tile polishing waste in paving block manufacturing. **Journal of Cleaner Production**, v.112, p. 514-520, 2016.

RAMALHO, E. G. **Análise do comportamento mecânico de espumas cerâmicas a base de alumina obtidas pelo método da réplica**. 2012. 104p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal. 2012.

RAMBALDI, E. et al. Recycling of polishing porcelain stoneware residues in ceramic tiles. **Journal of the European Ceramic Society**, n. 27, p. 3509–3515, 2007.

RAMOS, Giovanni Antonio et al. Effect of porcelain tile polishing residue on geopolymer cement. **Journal of Cleaner Production**, v. 191, p. 297-303, 2018.

ROSSO, Jeancarlo; CUNHA, Edilene de Souza; ROJAS-RAMÍREZ, Roberto A. Características técnicas e polimento de porcelanatos. **Cerâmica Industrial**, v. 10, n. 4, p. 11-14, jul./Ago., 2005

SALES, Angela Teresa Costa; FILHO, Ricardo dos Santos Alferes. Efeito do pó de resíduo cerâmico como adição ativa para o concreto. **Ambiente Construído**, Porto Alegre, v. 14, n. 1, p. 113-125, jan./mar. 2014.

SCHEFFLER, M.; COLOMBO, P; **Cellular Ceramics: Structure, Manufacturing, Properties and Applications**. Washington: WILEY-VCH, 2005. 645 p.

SHUI, A. et al. Effect of silicon carbide additive on microstructure and properties of porcelain ceramics. **Ceramics International**, v. 37, p. 1557-1562, 2011.

SILVA, R. V. et al. The role of glass waste in the production of ceramic-based products and other applications: A review. **Journal of Cleaner Production**, v. 167, p. 346-364, 2017.

SILVEIRA, N. C. G.; GOULART, L. C. O.; CALADO, C. R. Evaluation of the reuse of waste from the polish porcelain in the development of ceramic products with better thermal comfort. **Materials Science Forum**, v. 798-799 p. 570-575, 2014.

SMITH, W. F.; Foundations of materials science and engineering. 2.ed. New York, USA: McGraw-Hill, 1993. 882 p.

SOUSA, Fábio José Pinheiro. **Estudo e desenvolvimento de alternativas para o aproveitamento de resíduo das indústrias de revestimentos cerâmicos**. 2003. 80 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2003.

SOUSA, L. L. **Desenvolvimento e caracterização de cerâmica porosa moldáveis à base de alumina-mulita para uso como isolamento térmico em altas temperaturas**. 2015. 184p. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais) - Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, 2014.

SOUSA, E. DE et al. Produção de cerâmicas celulares por emulsão seguida de gelificação. **Cerâmica**, v.57, p. 38-44, São Paulo, 2011.

STEINER, Luiz Renato; BERNARDIN, Adriano Michael; PELISSER, Fernando. Effectiveness of ceramic tile polishing residues as supplementary cementitious materials for cement mortars. **Sustainable Materials and Technologies**, n. 4. p. 30-35, 2015.

STUDART, A. R. et al. Processing Routes to Macroporous Ceramics: A Review. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 89, p. 1771-1789, 2006.

VAKIFAHMETOGLU, C.; ZEYDANLI, D.; COLOMBO, P. Porous polymer derived ceramics. **Materials Science and Engineering: R: Reports**, v 106, p. 1-30, 2016.

XI, X. et al. Foaming inhibition of SiC-containing porcelain ceramics by using Si powders during sintering. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 37, p. 5044-5050, 2017.

YUNHONG, Cheng et al. Test research on effects of ceramic polishing powder on carbonation and sulphate-corrosion resistance of concrete. **Construction and Building Materials**, v. 55, p. 440-446, 2014.

ZESCHKY, J. et al. Preceramic polymer derived cellular ceramics, **Composites Science and Technology**, v. 63, p. 2361-2370, 2003.